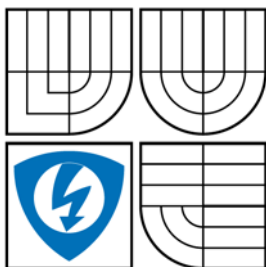


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION
DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

SCINTILAČNÍ DETEKTOR SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ S ŘÍZENÝM PROUDĚNÍM PLYNŮ PRO EREM

SCINTILLATION SE DETECTOR WITH CONTROLLED GAS FLOW FOR VP SEM

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. JOSEF KOZÁK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

doc. Ing. JOSEF JIRÁK, CSc.

BRNO 2009



VYSOKÉ UČENÍ
TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta elektrotechniky
a komunikačních technologií

Ústav elektrotechnologie

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor
Elektrotechnická výroba a management

Student: Bc. Josef Kozák

ID: 85393

Ročník: 2

Akademický rok: 2008/2009

NÁZEV TÉMATU:

Scintilační detektor sekundárních elektronů s řízeným prouděním plynů pro EREM

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s problematikou detekce sekundárních elektronů v environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu (EREM) pomocí scintilačního detektoru. S využitím programů umožňujících modelování proudění plynů ve vakuových aparaturách a drah elektronů v elektrostatických polích ověřte možnost realizace scintilačního detektoru sekundárních elektronů s řízeným prouděním plynů pro EREM a navrhnete jeho konstrukční řešení.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce

Termín zadání: 9.2.2009

Termín odevzdání: 29.5.2009

Vedoucí práce: doc. Ing. Josef Jiráček, CSc.

prof. Ing. Jiří Kazelle, CSc.

Předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

ABSTRAKT:

Diplomová práce se zabývá návrhem a optimalizací konstrukce experimentálního scintilačního detektoru sekundárních elektronů pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop a popisem principu činnosti uvedeného detektoru.

Experiment vychází ze simulací proudění plynu ve vnitřních částech detektoru a simulací drah sekundárních elektronů v elektrostatických polích detektoru. Na základě těchto simulací jsou provedeny návrhy nových konstrukčních řešení detektoru. Pro navržené konstrukce jsou opětovně realizovány simulace proudění plynu a drah elektronů. Z navržených konstrukcí detektoru jsou vybrány takové, které se jeví být vhodné pro detekci sekundárních elektronů v environmentálním rastrovacím elektronovém mikroskopu.

KLÍČOVÁ SLOVA:

Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (EREM), sekundární elektrony (SE), scintilační detektor SE, proudění plynů, simulace drah elektronů.

ABSTRACT:

This master's thesis deals with a design and optimization of an experimental scintillation secondary electron detector for the environmental scanning electron microscope and with a description of a detector operation principle.

The experiment is founded on simulations of a gas flow in detector inner sections and on simulations of secondary electron trajectories in electrostatic fields of the detector. On the basis of the simulations, new solutions of the detector designs are proposed. For these designs, same simulations as previous are performed and designs that seem to be feasible for the secondary electron detection in environmental scanning electron microscope are selected.

KEYWORDS:

Environmental scanning electron microscope (environmental SEM, VP SEM), secondary electrons (SE), scintillation SE detector, gas flow, simulation of electrons trajectory.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE PRÁCE:

KOZÁK, J. *Scintilační detektor sekundárních elektronů s řízeným prouděním plynů pro EREM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 58 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc.

PROHLÁŠENÍ:

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma SCINTILAČNÍ DETEKTOR SEKUNDÁRNÍCH ELEKTRONŮ S ŘÍZENÝM PROUDĚNÍM PLYNŮ PRO EREM jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce, s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury.

Jako autor uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujícího autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 29. 5. 2009

Autor

PODĚKOVÁNÍ:

Tímto bych chtěl poděkovat všem, kteří mi pomáhali při vzniku této diplomové práce. Zejména děkuji doc. Ing. Josefu Jirákoví, CSc., vedoucímu diplomové práce, za veškerou odbornou pomoc při řešení a vypracování práce. Dále děkuji Ing. Jiřímu Maxovi, Ph.D. za asistenci při realizaci simulací proudění plynů a poskytnuté informace k problematice, Ing. Vilému Nedělovi, Ph.D. a Ing. Pavlu Černochovi, Ph.D. za odborné konzultace a cenné rady.

Mé poděkování rovněž patří pedagogickému kolektivu Ústavu elektrotechnologie FEKT za mimořádně příjemné studijní prostředí a všem mým blízkým za velkou podporu a trpělivost.

OBSAH

1	ÚVOD	10
2	ENVIRONMENTÁLNÍ RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE	12
2.1	VÝVOJ EREM	12
2.2	INTERAKCE MEZI PRIMÁRNÍM SVAZKEM A PLYNEM	13
2.3	VAKUOVÝ SYSTÉM.....	15
2.3.1	<i>Komora diferenciálního čerpání.....</i>	<i>15</i>
2.3.2	<i>Proudění plynu</i>	<i>16</i>
2.3.3	<i>Vakuové čerpání.....</i>	<i>17</i>
2.4	SIGNÁLY A JEJICH VLASTNOSTI	20
2.4.1	<i>Zpětně odražené elektrony.....</i>	<i>22</i>
2.4.2	<i>Sekundární elektrony.....</i>	<i>23</i>
2.5	DETEKCE SIGNÁLŮ	24
2.5.1	<i>Detekce zpětně odražených elektronů v EREM</i>	<i>25</i>
2.5.2	<i>Detekce sekundárních elektronů v EREM</i>	<i>26</i>
3	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	29
3.1	POPIS PŮVODNÍHO EXPERIMENTÁLNÍHO SCINTILAČNÍHO DETEKTORU	29
3.1.1	<i>Komora diferenciálního čerpání.....</i>	<i>29</i>
3.1.2	<i>Konstrukce a vakuový systém detektoru</i>	<i>30</i>
3.2	POPIS NOVÝCH KONSTRUKČNÍCH ŘEŠENÍ DETEKTORU	31
3.2.1	<i>Problémy plynoucí z redukce počtu clon</i>	<i>31</i>
3.2.2	<i>Konstrukce detektoru SD-01, 02.....</i>	<i>32</i>
3.2.3	<i>Konstrukce detektoru SD-03</i>	<i>33</i>
3.2.4	<i>Konstrukce detektoru SD-04</i>	<i>34</i>
3.3	SIMULACE PROUDĚNÍ PLYNŮ	35
3.3.1	<i>Konstrukce SD-01</i>	<i>36</i>
3.3.2	<i>Konstrukce SD-02</i>	<i>38</i>
3.3.3	<i>Konstrukce SD-03</i>	<i>40</i>
3.3.4	<i>Konstrukce SD-04</i>	<i>41</i>
3.3.5	<i>Finální konstrukce</i>	<i>43</i>
3.3.6	<i>Shrnutí výsledků simulací.....</i>	<i>44</i>
3.4	SIMULACE DRAH SE	47
3.5	POPIS FINÁLNÍ KONSTRUKCE DETEKTORU	50
4	ZÁVĚR	53
5	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	55
6	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	56
7	SEZNAM PŘÍLOH.....	58

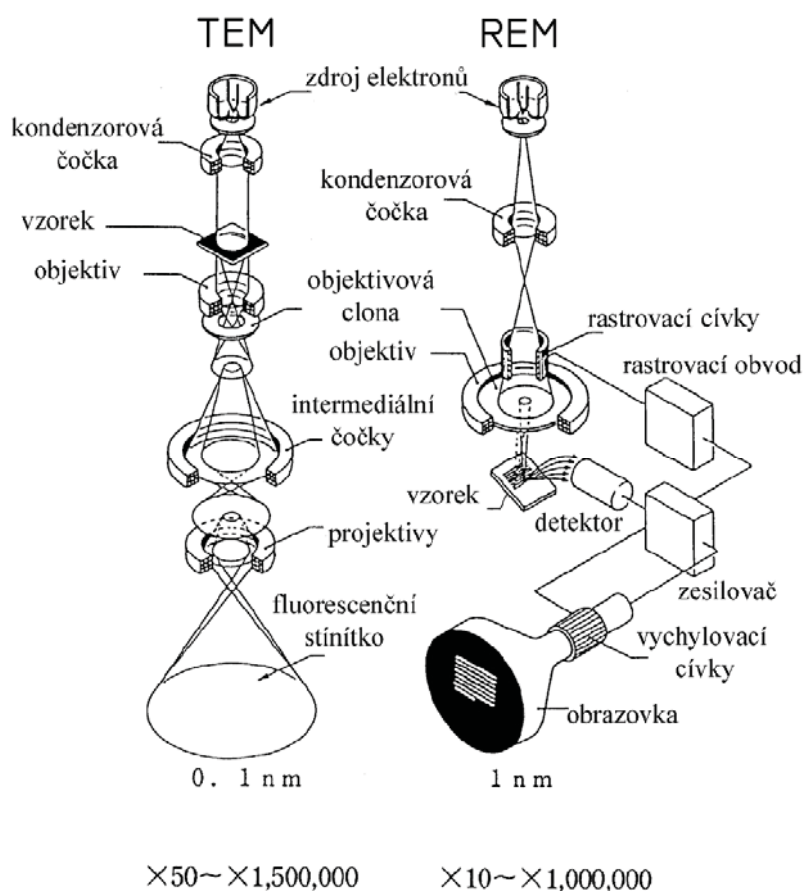
Seznam obrázků

Obr. 1.1 Princip transmisního a rastrovacího elektronového mikroskopu	10
Obr. 2.1 Vychýlení elektronu primárního svazku po srážce s plynným prostředím	13
Obr. 2.2 a) Celkový zachytný průřez v závislosti na energii elektronu pro atomární plyny. b) Dráhy primárních elektronů s energií 20 keV ve vodní páře ($p = 700$ Pa)	14
Obr. 2.3 Zjednodušené vakuové schéma EREM	15
Obr. 2.4 Turbomolekulární vývěva – model pohybu molekul mezi lopatkami rotoru a statoru	18
Obr. 2.5 Čerpací charakteristika turbomolekulární vývěvy PFEIFFER HiPace 10	18
Obr. 2.6 Rotační olejová vývěva s lopatkami v rotoru	19
Obr. 2.7 Čerpací charakteristika rotační olejové vývěvy PFEIFFER Hena 25	19
Obr. 2.8 Signály uvolněné ze vzorku po dopadu PE	20
Obr. 2.9 Velikost informačního objemu pro jednotlivé produkované signály	21
Obr. 2.10 Rozložení energie signálních elektronů	21
Obr. 2.11 Závislost koeficientu emise BSE η na energii primárních elektronů E	22
Obr. 2.12 Závislost koeficientu emise BSE η na protonovém čísle Z pro různé úhly dopadu primárního svazku ϕ	23
Obr. 2.13 Závislost koeficientu emise SE δ na energii primárních elektronů E pro různé ϕ	24
Obr. 2.14 Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů δ na úhlu dopadu primárního svazku ϕ pro Cu, naměřené hodnoty jsou srovnány se závislostí $1/\cos\phi$	24
Obr. 2.15 Detektor BSE se scintilačním monokrystalem yttrito-hlinitého granátu aktivovaného cerem (YAG:Ce)	25
Obr. 2.16 Řez polovodičovým detektorem s PN přechodem	26
Obr. 2.17 Schématické uspořádání Everhart - Thornleyova scintilačního detektoru s fotonásobičem pro detekci SE	27
Obr. 2.18 Schéma ionizačního detektoru s vyznačeným mechanismem nárazové ionizace	27
Obr. 3.1 Řez původním scintilačním detektorem	29
Obr. 3.2 Řez hlavní částí původního detektoru – základní rozměry a popis konstrukčních prvků	30
Obr. 3.3 Řez hlavní částí detektoru typ SD-01 – základní popis prvků	32
Obr. 3.4 Řez hlavní částí detektoru typ SD-02 – základní popis prvků	32
Obr. 3.5 Typy tělísek s naznačeným směrem proudění čerpaného plynu	33
Obr. 3.6 Řez hlavní částí detektoru typ SD-03 – základní popis prvků	34
Obr. 3.7 Typy clon C_a a C_b v řezu (3D pohled) použité v konstrukci SD-04	34
Obr. 3.8 Řez hlavní částí detektoru typ SD-04 – základní popis prvků	35
Obr. 3.9 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro verzi SD-01 (clona 0.7, tělísko 01)	36
Obr. 3.10 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro verzi SD-01 (clona 0.9, tělísko 02, bez izolace v okolí scintilátoru)	37
Obr. 3.11 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro verzi SD-02 (clona 0.7, tělísko 04, $z = 1$ mm)	38

Obr. 3.12 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro verzi SD-02 (clona 0.7, bez tělíska, $z = 1 \text{ mm}$)	39
Obr. 3.13 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudící vodní páry pro verzi SD-03 (clona 0.7)	40
Obr. 3.14 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudící vodní páry pro verzi SD-04 (clona C_a , odsávací otvory OD1, 2)	41
Obr. 3.15 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudící vodní páry pro verzi SD-04 (clona C_b , odsávací otvory OD1, 2)	42
Obr. 3.16 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro upravenou verzi SD-04 (clona C_b , odsávací otvory OD2)	43
Obr. 3.17 Poloha detektoru SE a vzorku v komoře EREM	47
Obr. 3.18 Dráhy SE pro finální konstrukci detektoru – $E_{SE} = 3 \text{ eV}$ (červená), $S_3 = 0 \%$; $E_{SE} = 5 \text{ eV}$ (černá), $S_5 = 26 \%$	48
Obr. 3.19 Dráhy SE pro finální konstrukci detektoru – $E_{SE} = 3 \text{ eV}$ (červená), $S_3 = 26 \%$; $E_{SE} = 5 \text{ eV}$ (černá), $S_5 = 8.7 \%$	48
Obr. 3.20 Dráhy SE pro finální konstrukci detektoru – $E_{SE} = 3 \text{ eV}$ (červená), $S_3 = 15.2 \%$; $E_{SE} = 5 \text{ eV}$ (černá), $S_5 = 17.4 \%$	49
Obr. 3.21 Rozložení elektrostatického pole uvnitř detektoru pro finální konstrukci	49
Obr. 3.22 Řez hlavní částí detektoru finální konstrukce – základní popis prvků	50
Obr. 3.23 Řez hlavní částí detektoru finální konstrukce – základní rozměry	51
Obr. 3.24 Řez (3D) hlavní částí detektoru finální konstrukce, uchycení elektrody E3	51
Obr. 3.25 Experimentální scintilační detektor s nově navrženou detekční částí – 3D pohled	52

1 Úvod

Elektronový mikroskop je zařízení, které umožňuje několikanásobně zvětšit obraz vzorku. Výstupem je obrazová informace, kterou lze znázornit na monitoru, pomocí programového vybavení počítače lze obraz následně digitalizovat a upravovat. Nejlepší elektronové mikroskopy umožňují zvětšení na hranici rozlišitelnosti jednotlivého atomu [5]. Praktická rozlišovací schopnost elektronového mikroskopu je 0.5 nm až 0.7 nm, se špičkovou technikou je možno dosáhnout rozlišení 0.1 nm (obr. 1.1), důvodem jsou vady elektronové optického systému.



Obr. 1.1 Princip transmisního a rastrovacího elektronového mikroskopu [5].

Velkým krokem, vedoucím k použití elektronů k zobrazení mikrosvěta, byl poznatek, který v roce 1925 publikoval Luis de Broglie [5], tj. že rychle letící částice mají nejen korpuskulární, ale i vlnový charakter. S tímto a mnoha dalšími poznatky započal novou část dějin elektronové mikroskopie německý vědec Ernst Ruska (1906 – 1988), vynálezce moderního transmisního elektronového mikroskopu (TEM).

Vznik rastrovacího elektronového mikroskopu (REM) byl o něco složitější. Vynález rastrovacího principu se připisuje fyziku M. von Ardenne, který jej publikoval v roce 1938. Za ním následoval Zworykin, vynálezce fotonásobiče (sloužil jako předzesilovač). S touto technikou dokázali dosáhnout rozlišení 50 nm. Mezi další významné vynálezy pro elektronovou mikroskopii patří např. detektor sekundární elektronů se světlovodem (Everhart a Thornley), přímo žhavená katoda na bázi LaB_6 (Broers) a stabilní autoemisní tryska (Crewe). Mezi poslední vývojový typ REM patří environmentální REM [2].

Tato práce se zabývá návrhem nové konstrukce scintilačního detektoru sekundárních elektronů (SE) pro environmentální rastrovací elektronový mikroskop (EREM).

Hlavním cílem bylo provést simulace proudění plynů, tzn. především určit tlak v komoře scintilátoru pro nově navržené konstrukce detektoru. Dále provést simulace drah SE a stanovit možná napětí na elektrodách tak, aby došlo k co nejúčinnější detekci SE. Hlavním výstupem těchto experimentů je konstrukce detektoru s nejlepšími sledovanými parametry, určená k výrobě a praktickému ověření.

Simulace drah SE byly realizovány pomocí programu SIMION 8.0.3 a proudění plynů v programu SolidWorks COSMOSFloWorks 2006 a 2008.

Nejvýznamnější konstrukční změny se týkaly přední části detektoru – vnitřní konstrukce, která je pro účinnost detekce SE nejdůležitější. Ostatní konstrukční prvky byly po drobných úpravách převzaty ze staršího typu detektoru, jednalo se především o způsob řešení celkové konstrukce, včetně vakuového čerpání a uchycení světlovodu z PMMA.

2 Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie [1]

Tato kapitola se zaměřuje na konstrukci a popis činnosti EREM. Zabývá se vývojem, nejdůležitějšími ději a konstrukčními částmi, které výrazně ovlivňují výstupní hodnoty mikroskopu. Především je zaměřena na využití interakce mezi elektrony primárního svazku a plynem v komoře vzorku a na vakuový systém EREM.

2.1 Vývoj EREM

EREM se řadí mezi poslední vývojové typy REM. Od počátku 70. let se vědci pokoušeli o odstranění povrchového negativního elektrického náboje, který se tvoří na nevodivých pozorovaných vzorcích v elektronových mikroskopech především rastrovacího typu. Výsledkem bylo napouštění plynu do prostoru komory vzorku. Při průchodu fokusovaného primárního elektronového svazku plynem dochází k ionizaci atomů a molekul obsažených v plynu. Vytvořené srážkové ionty kompenzují zmiňovaný negativní náboj. Tento fakt umožňuje přímé pozorování elektricky nevodivých vzorků.

K dalším pokrokovým konstrukčním změnám EREM došlo v 80. letech, kdy šlo o použití dvou clon (v dnešní době s otvorem o velikosti několik stovek mikrometrů), které umožnily přechod mezi tlakem v komoře vzorku a tlakem plynu v elektronově optické části mikroskopu. Prostor mezi clonami je nazýván komora diferenciálního čerpání.

Největším rozdílem mezi REM a EREM je tlak v komoře vzorku. REM má obvykle stejný tlak plynu v celém prostoru pohybu primárního svazku elektronů, jeho velikost se u mikroskopů s wolframovou přímo žhavenou katodou pohybuje okolo 10^{-3} Pa. Na rozdíl od REM má EREM rozdělený prostor mikroskopu na dvě tlakově oddělené části o různé hodnotě tlaku plynu. Přímou žhavenou katodu je umístěna v prostoru tubusu s tlakem 10^{-3} Pa a ve vzorkové komoře mikroskop pracuje obvykle při 100 Pa až 2000 Pa.

REM do 300 Pa v komoře vzorku

Mikroskopy, u kterých tlak plynu v komoře vzorku nepřesáhne hodnotu 300 Pa, se označují VP nebo LP. U těchto typů se používá pouze jedna clona, která slouží zároveň jako přechod mezi prostory s různým tlakem a současně je i aperturní clonou projekční čočky. Velkou výhodou je fakt, že je omezeno nabíjení pozorovaného vzorku na minimum, což uživateli poskytuje možnost použití nepokoveného nevodivého vzorku.

REM nad 300 Pa v komoře vzorku

Při tlaku v komoře vzorku nad hranici 300 Pa se vyžaduje použití dvou clon, aby nedošlo k ovlivnění jednotlivých částí mikroskopu s různým tlakem. Komora diferenciálního čerpání mezi oběma použitými clonkami je nejčastěji čerpána rotační

vývěvou, zajišťuje přechod mezi tlakem od 1000 Pa v okolí vzorku až do 10^{-3} Pa v prostoru tubusu mikroskopu.

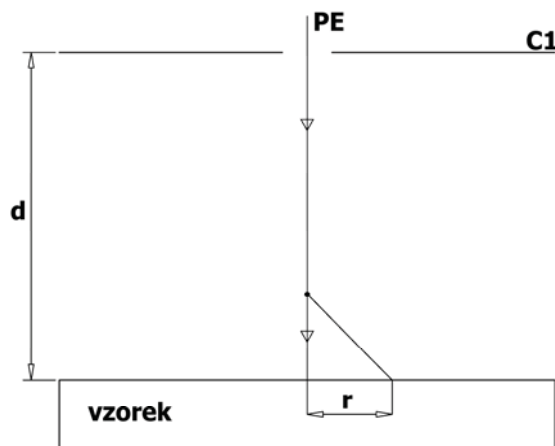
Nabíjení vzorku

Mezi velké přednosti EREM patří skutečnost, že lze pozorovat elektricky nevodivý vzorek při zvýšeném tlaku v komoře preparátu. V REM vzniká po dopadu primárního svazku elektronů na povrchu vzorku negativní náboj. Kladné ionty, vznikající v plynu nárazovou ionizací, tento záporný náboj neutralizují. Předpoklad kompenzace záporného povrchového náboje můžeme formulovat vztahem

$$I_+ = I_p[1 - (\eta - \delta)]. \quad (1)$$

2.2 Interakce mezi primárním svazkem a plynem

Pokud je komora vzorku napuštěna plynem, dochází ke vzniku většího množství interakcí mezi plynem a procházejícími elektrony. V okolí vzorku dochází ke vzájemnému ovlivňování vznikajících signálů a primárních elektronů (PE) s plynným prostředím v mikroskopu. Mezi nejdůležitější jevy, spojené se vzájemným ovlivňováním, jsou zařazeny interakce mezi svazkem a plynem, signálem a plynem, plynem a vzorkem.



Obr. 2.1 Vychýlení elektronu primárního svazku po srážce s plynným prostředím [1].

Při vzájemném působení mezi svazkem elektronů a plynem dochází k rozptylu elektronů, generaci signálů – SE, BSE, fotonů, RTG záření. Při těchto srážkách mohou elektrony ztratit část své energie nebo změnit dráhu letu. Celkový stav plynu se mění díky vzniku iontů (ionizace) nebo excitovaných atomů a molekul. Signály generované svazkem primárních elektronů se přičítají k příslušným užitečným signálům uvolněným ze vzorku. Plyn v komoře

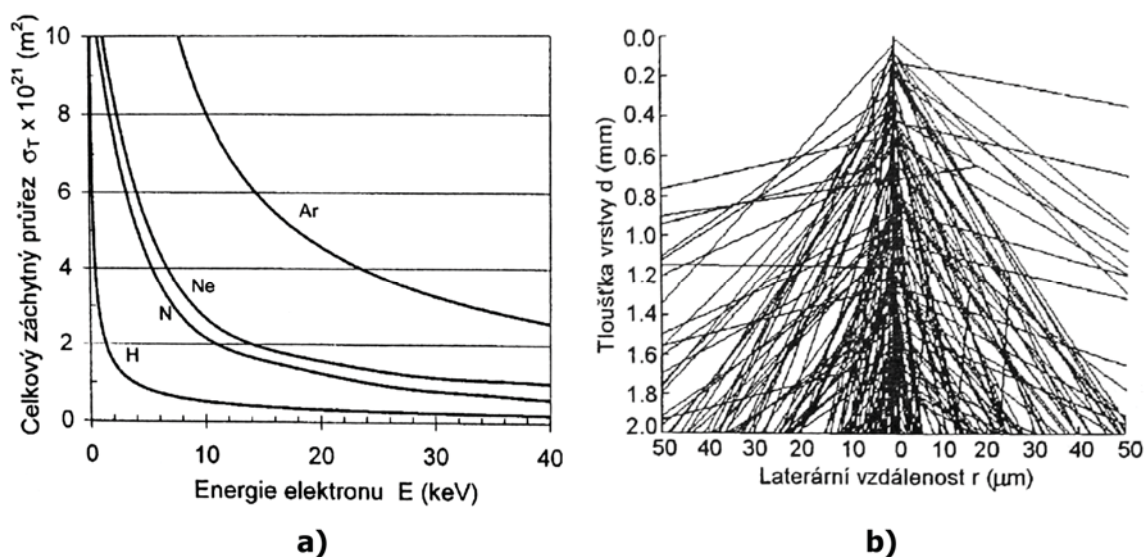
vzorku znemožňuje použití některých doposud využívaných detektorů, což vede k dalšímu rozvoji metod detekce signálů. Mezi hlavní podmínky činnosti EREM patří skutečnost, že zůstává určitá část elektronů primárního svazku nerozptýlena v původní dráze letu i po průchodu plynným prostředím při dopadu na vzorek.

Na obrázku 2.1 je znázorněna odchylka r od původní stopy, dále délka dráhy d , kterou elektron urazí v plynu. Průměrný počet srážek připadajících na elektron lze vyjádřit vztahem

$$m = \frac{\sigma_T p d}{kT} . \quad (2)$$

Další statistická veličina, která popisuje srážku elektronu s atomy nebo molekulami je pravděpodobnost, že ke srážce dojde x - krát. Tato veličina je definována Poissonovým rozložením

$$P(x) = \frac{m^x e^{-m}}{x!} . \quad (3)$$



Obr. 2.2 a) Celkový zachytný průřez v závislosti na energii elektronu pro atomární plyny [1].

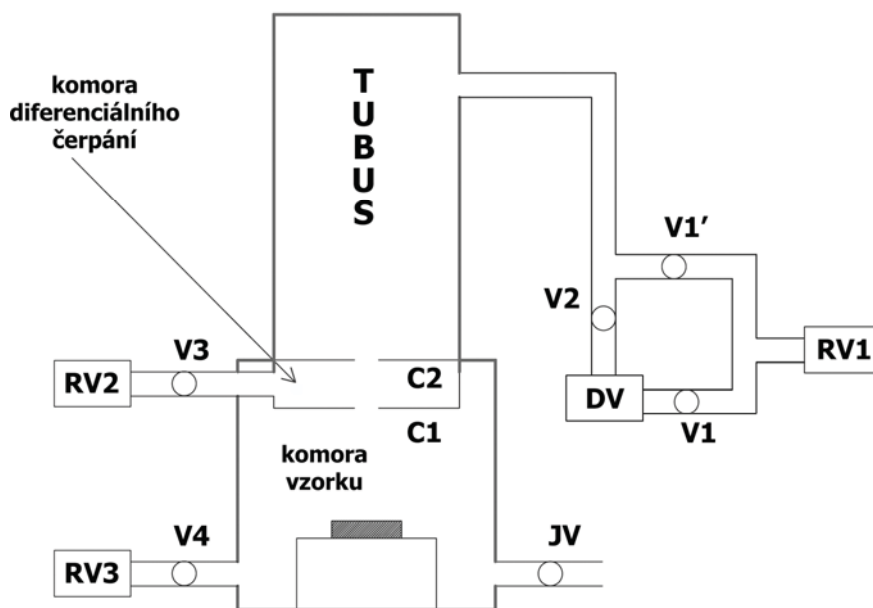
b) Dráhy primárních elektronů s energií 20 keV ve vodní páře ($p = 700$ Pa) [1].

Mikroskopy pracující při vyšších tlacích v okolí vzorku, mají dané pracovní podmínky, při kterých nesmí velikost m přesáhnout hodnotu 3. To znamená, že se snažíme vytvořit takové podmínky, aby docházelo ke srážkám elektronů primárního svazku s částicemi plynu

co možná nejméně. Za vhodnou situaci lze považovat podmínky, kdy m je rovno 1, v tom případě asi 2/5 primárních elektronů projde beze srážky a stejné množství podléhá jedné srážce.

2.3 Vakuový systém

Celý vnitřní prostor tubusu a komory vzorku je v EREM čerpán na rozdílnou hodnotu tlaku, proto tyto prostory musí být tlakově odděleny. Přímou žhavenou wolframovou katodu, umístěnou v tubusu, požaduje pro správnou funkci tlak 10^{-2} Pa až 10^{-3} Pa. K získání a udržení této hodnoty tlaku obvykle postačí dvoustupňový čerpací systém, tvořený rotační a difúzní vývěvou (viz obr. 2.3). Po tubusu následuje komora diferenciálního čerpání, jež je ohraničena dvěma tlak omezujícími clonami. Poslední částí je komora vzorku s tlakem 100 Pa až 2000 Pa. Tyto dva prostory jsou čerpány například rotační vývěvou. Komoru vzorku lze také čerpat pomocí systému, napojeného na tubus mikroskopu, čímž lze zredukovat počet použitých vývěv ze čtyř na tři.



Obr. 2.3 Zjednodušené vakuové schéma EREM. RV – rotační vývěvy, DV – difúzní vývěva, V – vakuové ventily, JV – jehlový ventil, C – tlak omezující clony [1].

2.3.1 Komora diferenciálního čerpání

Mezi nejdůležitější části vakuové soustavy patří komora diferenciálního čerpání, většinou integrovaná do objektivu mikroskopu. Nachází se mezi dvěma tlak omezujícími clonami s malými otvory, které umožňují potlačit proudění plynu mezi jednotlivými prostory s rozdílnými tlaky a dosáhnout požadovaný spád tlaků.

Clona C2 plní funkci aperturní clony (viz obr. 2.3) a zároveň je nedílnou součástí zmiňované komory. Tok plynu v otvorech roste se čtvercem průměru otvoru clony, z toho důvodu je zapotřebí zabezpečit, aby použité clony měly co nejmenší otvory. V případě clony C2 je zmenšování otvoru omezeno požadavky elektronové optiky. Nadměrná minimalizace otvoru C1 zmenšuje velikost zorného pole mikroskopu.

2.3.2 Proudění plynu [4], [6]

Spojíme-li dva objemy, v nichž jsou různé koncentrace (tlaky plynů), vzniká proudění z objemu s vyšší koncentrací (vyšším tlakem) do objemu s nižší koncentrací (nižším tlakem). Při daném rozdílu tlaků mezi dvěma objemy závisí proud plynu na rozměrech a tvaru té části systému, která tyto objemy spojuje a na Knudsenově číslu K_n , které odpovídá tlaku daného plynu, a na charakteristickém rozměru X systému. Za charakteristický rozměr X se považuje buď největší, nebo nejmenší rozměr spojovací části systému. Například v případě dlouhé trubice o dané délce l a průměru b , je $X = b$.

V závislosti na Knudsenově číslu se proudění rozděluje na viskózní, molekulární a viskózně molekulární. Druh proudění lze také rozlišit pomocí Reynoldsova čísla Re , které charakterizuje poměr energie proudícího plynu k práci tření. Při velkých číslech Re je proudění turbulentní, při malých laminární.

$$K_n = \frac{X}{\bar{l}}, \quad (4)$$

kde \bar{l} je střední volná dráha molekuly, X je charakteristický rozměr systému.

Pro definici proudu plynu se lze zabývat upraveným Ohmovým zákonem pro proudění plynu potrubím. Odpor potrubí je definován:

$$Z_p = \frac{p_1 - p_2}{q}, \quad (5)$$

kde $p_1 - p_2$ je rozdíl tlaků plynu před a za trubicí. Rozdíl musí být kladný, p_1 tedy musí být větší než p_2 . q je objemový proud plynu definovaný vztahem

$$q = \frac{pV}{t}, \quad (6)$$

V je prošlý objem plynu potrubím za čas t .

Druhy proudění

- viskózní proudění ($K_n \geq 100$)

Při viskózních podmínkách může docházet k turbulentnímu proudění, při němž se molekuly v postupném pohybu celého množství plynu pohybují chaoticky s náhodně se měnícími rychlostmi. Střední volná dráha (nepřímo úměrná tlaku plynu) je výrazně menší, než je průměr trubice. Turbulentní proudění nastává při vysokém tlaku, je charakteristické vytvářením vírů a vratných proudů. Při turbulenci se vodivost potrubí zmenšuje.

Pokud se molekuly pohybují po rovnoběžných dráhách a jejich rychlosti se jen málo liší, jedná se o laminární proudění. Pohyb plynu se zpomaluje třením o stěny, jednotlivé vrstvy mají proto různé rychlosti. U stěny je rychlost pohybu plynu minimální, u osy maximální. Změna rychlosti proudění mezi jednotlivými vrstvami závisí na viskozitě plynu.

- molekulární proudění ($K_n \leq 1$)

Při molekulárních podmínkách je proudění dáno pohybem jednotlivých vzájemně nezávislých molekul, s přímými dráhami mezi dvěma srážkami, k nimž dochází především na stěnách systému. Molekulární proudění má smysl uvažovat u trubic, jejichž délka je větší než jejich průměr, střední volná dráha musí být větší než průměr trubice. Molekulární vodivost není závislá na tlaku, je určena pouze rozměry trubice.

- efúzní proudění

Nastává u velmi krátkých trubic, jejichž délka je mnohem menší než průměr trubice. Prakticky se jedná o vakuovou vodivost otvoru. Většina molekul projde bez srážky s potrubím.

- viskózně molekulární proudění ($1 < K_n < 100$)

Při viskózně molekulárních podmínkách se mohou molekuly pohybovat všemi výše popsanými druhy pohybů.

Pozn.: Vztahy pro výpočty spojené s prouděním plynu, pro jednotlivé typy proudění, lze nalézt např. v lit. [6], [4].

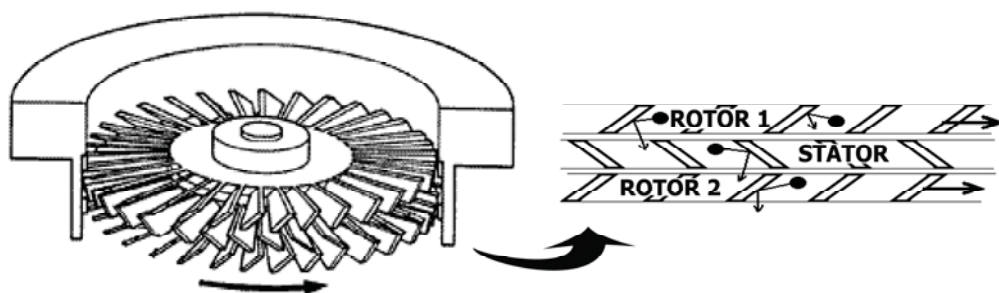
2.3.3 Vakuové čerpání [4]

Během čerpání vakuového zařízení musí být zajištěno postupné odstranění atomů a molekul plynu z daného prostoru. Čerpací mechanismus je třeba volit podle tlaku, kterého chceme v jednotlivých částech mikroskopu dosáhnout, plyn se čerpá jako celek nebo se čerpají jednotlivé molekuly plynu. Pro dosažení nízkého tlaku v libovolné komoře mikroskopu se používá obvykle sériové zapojení dvou i více vývěv.

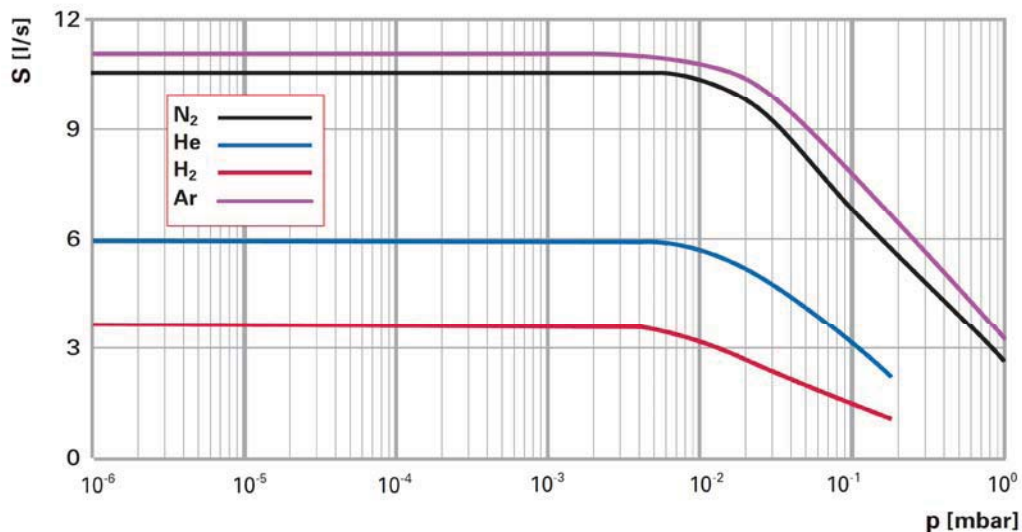
U reálných vývěv vždy existuje záporný jev - zpětné proudění, jehož velikost závisí na mechanismu čerpání, konstrukčním provedení vývěvy a na vlastnostech čerpaného plynu.

Turbomolekulární vývěva

Tato vývěva pracuje při nižším tlaku (nutné předčerpání), jak je patrné z obr. 2.5. Molekuly čerpaného plynu se na základě svého tepelného pohybu dostávají do prostoru oběžného kola rotoru (rotor 1) a zde (nezávisle na směru svého tepelného pohybu) obdrží impuls ve směru otáčení (viz obr. 2.4). Pomocí statorových lopatek s obráceným sklonem se směr pohybu takto usměrněných molekul změni. Odražené molekuly se dostanou do prostoru oběžného kola (rotor 2), po odrazu na statorové lopatce do prostoru oběžného kola (rotor 3), atd.



Obr. 2.4 Turbomolekulární vývěva – model pohybu molekul mezi lopatkami rotoru a statoru [4].



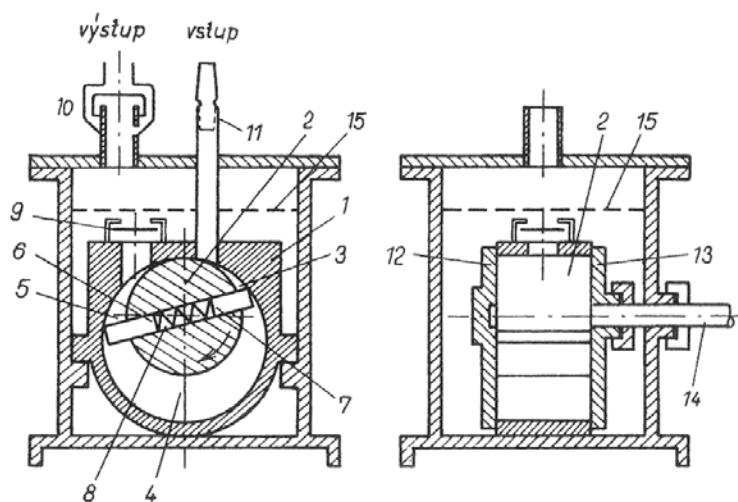
Obr. 2.5 Čerpací charakteristika turbomolekulární vývěvy PFEIFFER HiPace 10. Převzato z [7].

Rotační olejová vývěva

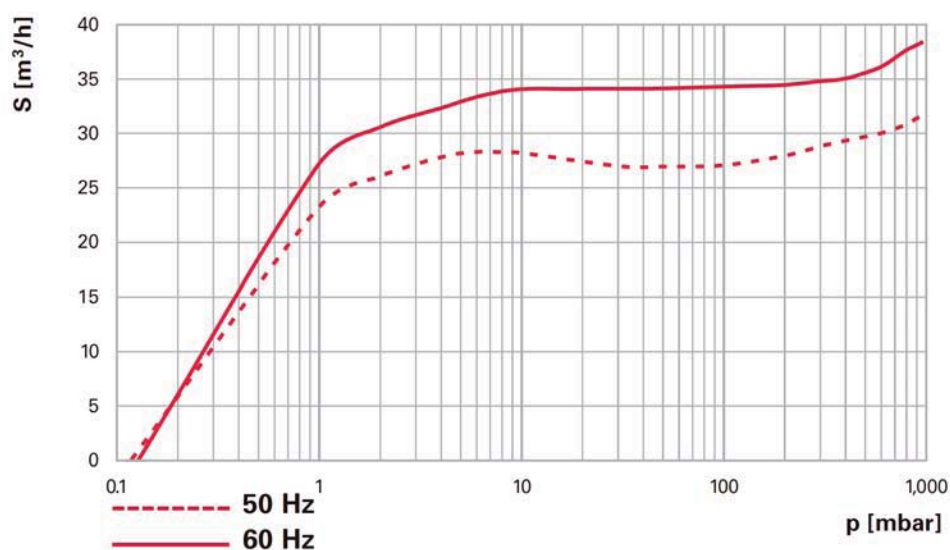
Tato vývěva pracuje tak, že otáčející se rotor má v sobě drážky, v nichž jsou zapuštěné pohyblivé lopatky. Mezi středem rotoru a oběma lopatkami jsou pružiny, které vytlačují

lopatky tak, že jsou v dotyku s vnitřní stěnou statoru. Rotor je umístěn excentricky a dotýká se statoru v prostoru mezi sacím a výfukovým hrdlem. Výfukové hrdlo je opatřeno výtlačným ventilem, který zabraňuje zpětnému proudění plynu (viz obr. 2.6).

V prostoru mezi pohybující se lopatkou a sacím hrdlem vývěvy se shromažďuje plyn z čerpaného prostoru. Naopak v prostoru mezi lopatkou a výfukovým ventilem dochází ke vzrůstání tlaku. V okamžiku, kdy je tlak v tomto prostoru větší než tlak ve výfuku, otevře se výfukový ventil a plyn se přetlačí do výfuku. Tento děj se opakuje dvakrát během jedné otáčky rotoru. Celý stator je ponořen do olejové náplně. Olej v tomto případě zastává funkci mazacího elementu a zároveň těsní mezery.



Obr. 2.6 Rotační olejová vývěva s lopatkami v rotoru. 1 – stator; 2 – rotor; 3, 4, 5 – části komory; 6, 7 – lopatky; 8 – pružina; 9 – výstupní ventil; 10 – zachycovač oleje; 11 – filtr; 12, 13 – boční kryty; 14 – osa; 15 – hladina oleje [6].



Obr. 2.7 Čerpací charakteristika rotační olejové vývěvy PFEIFFER Hena 25. Převzato z [7].

Difúzní vývěva

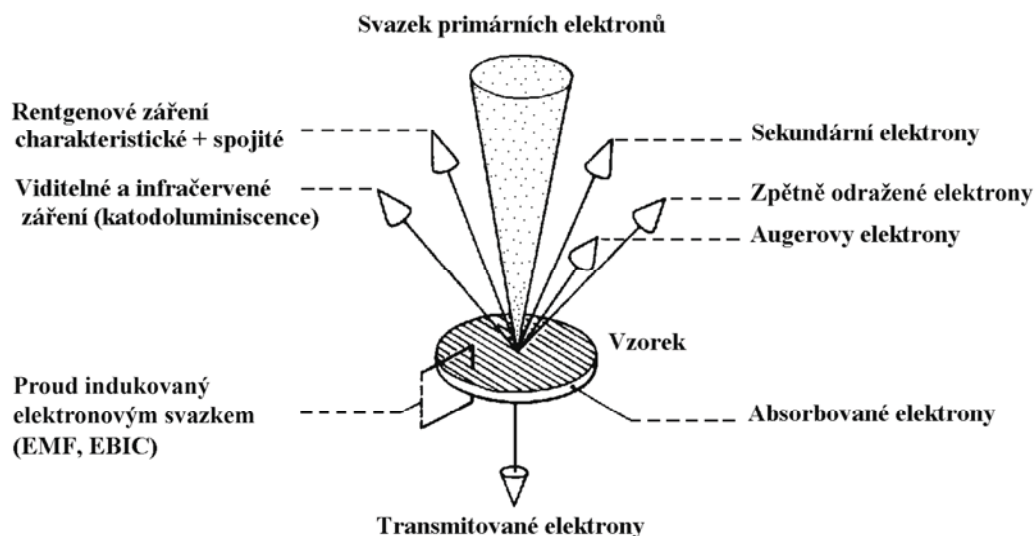
Tento typ vývěvy pracuje na základě strhávání molekul čerpaného plynu do proudu molekul páry, proudících velkou rychlostí mezi tryskami a chlazeným pláštěm vývěvy. Molekuly čerpaného plynu jsou strhávány ve směru proudění páry, nemohou se vrátit zpět.

Difúzní vývěva má i své nevýhody, například se čerpaný prostor zamořuje parami pracovního media (většinou olej). Z toho důvodu je nutné použít lapač par chlazený vodou, u vysokovakuových aparatur i tekutým dusíkem.

2.4 Signály a jejich vlastnosti [2]

Produkty interakce mezi primárními elektrony a vzorkem znázorněné na obr. 2.8 přináší informace o fyzikálních a chemických vlastnostech zkoumaného vzorku.

Na obr. 2.9 je schematicky vyznačen tzv. informační objem, představující oblast pod povrchem preparátu, ze kterého se uvolňují jednotlivé signály. Pokud je mikroskop vybaven patřičným detekčním zařízením, dokáže účinně a selektivně signál zachytit.

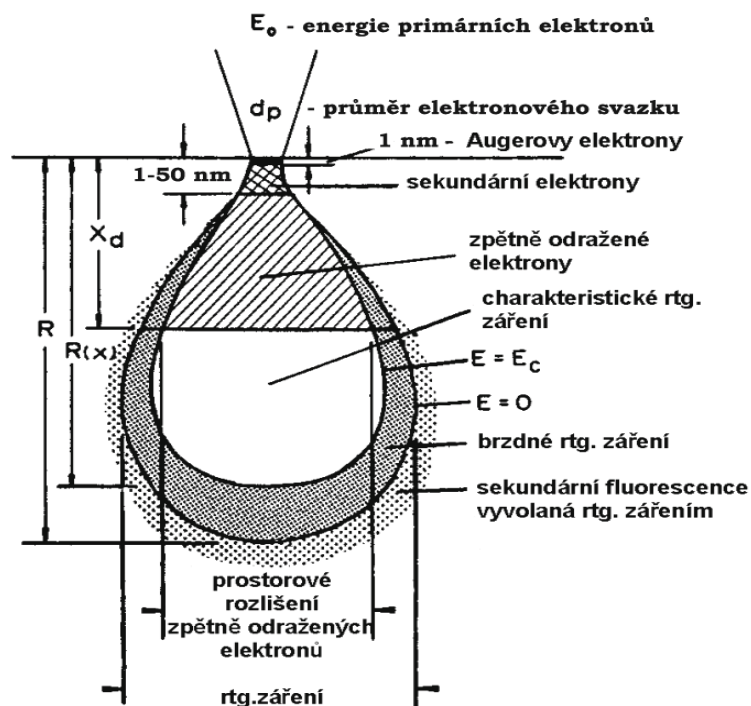


Obr. 2.8 Signály uvolněné ze vzorku po dopadu PE [3].

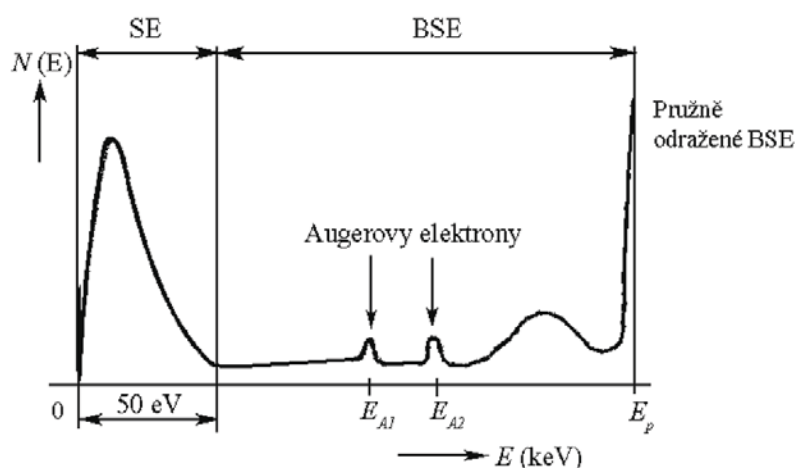
Interakce mezi PE a atomy preparátu můžeme rozdělit do dvou skupin: pružné srážky, které mají na svědomí vznik zpětně odražených elektronů (BSE) a nepružné srážky, při kterých dochází k předávání části energie primárních elektronů atomům vzorku a následně k uvolnění sekundárních a Augerových elektronů, RTG záření atd.

Energie PE, daná použitým urychlovacím napětím, ovlivňuje tvar informačního objemu, který se s klesající hodnotou energie stává mělký. Na hloubku vniku PE má dále vliv složení

vzorku. Vzorek, tvořený těžšími prvky s větším protonovým číslem, bude produkovat více BSE než preparát tvořený lehkými prvky a hloubka průniku PE bude menší. K zobrazení povrchu preparátu se v EREM využívají především SE. Od BSE se odlišují svojí nízkou energií do 50 eV (viz obr. 2.10).



Obr. 2.9 Velikost informačního objemu pro jednotlivé produkované signály [5].



Obr. 2.10 Rozložení energie signálních elektronů [3].

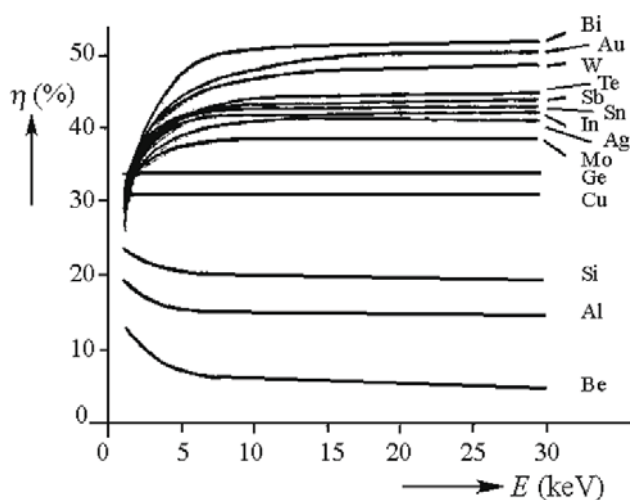
Mechanismy rozptylu

Pružné srážky – dochází k interakci elektronu s jádrem atomu, což způsobí změnu dráhy elektronu (zapříčiní elektrické pole jádra atomu), ale jeho energie zůstává prakticky zachována. Hmotnost jádra oproti hmotnosti elektronu se považuje za velkou. Dráha elektronu, která se pohybuje v oblasti jádra atomu má tvar hyperboly.

Nepružné srážky – jedná se o interakci mezi elektronem a elektronovým obalem, část energie předá elektron atomu a dále se pohybuje se změněnou kinetickou energií. Při nepružném typu rozptylu jsou vybuzeny elektrony v atomech na vyšší energetické hladiny nebo nastává ionizace atomu. Pro malé úhly rozptylu převažuje právě nepružný rozptyl a pro velké úhly převažuje rozptyl pružný.

2.4.1 Zpětně odražené elektrony

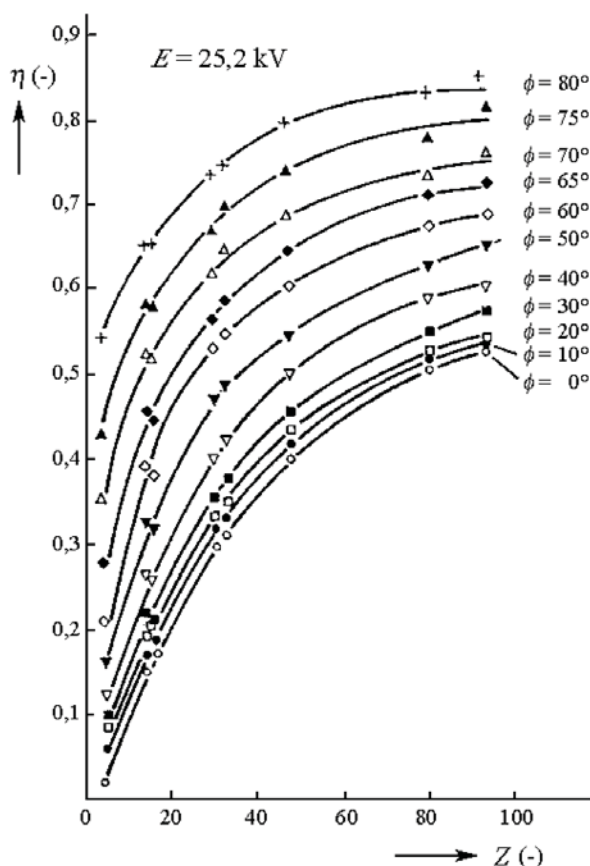
K uvolnění BSE může v první řadě dojít při jedné pružné srážce s velkým úhlem vychýlení (jsou to elektrony rozptýlené do velkých úhlů a zachovávající energii jen o málo menší, než je energie primárního svazku). Druhá možnost je více pružných srážek s malými úhly vychýlení, ke kterým se obvykle přidává množství nepružných srážek. Při tomto průchodu vzorkem ztratí elektron více energie než v předchozím případě. Energie BSE se pohybuje od 50 eV do energie PE (viz obr. 2.10).



Obr. 2.11 Závislost koeficientu emise BSE η na energii primárních elektronů E [3].

Koeficient emise BSE udává poměr mezi proudem zpětně odražených elektronů a proudem primárního svazku:

$$\eta = \frac{I_{BSE}}{I_{PE}}. \quad (7)$$



Obr. 2.12 Závislost koeficientu emise BSE η na protonovém čísle Z pro různé úhly dopadu primárního svazku ϕ [3].

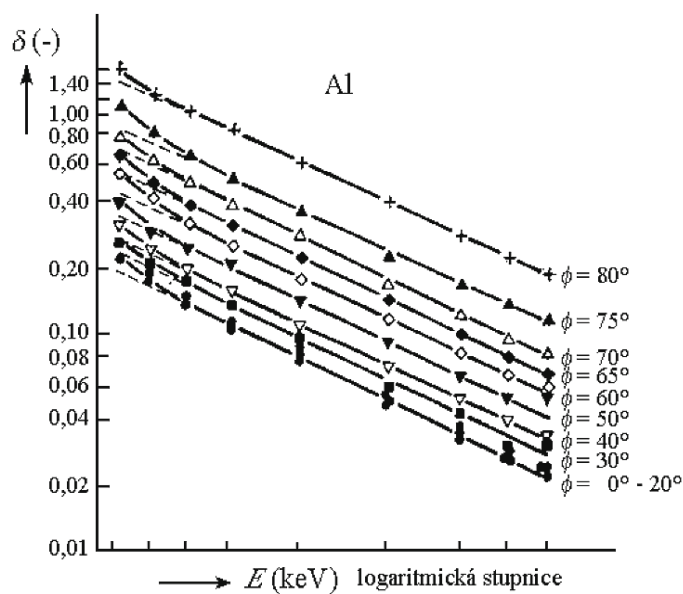
2.4.2 Sekundární elektrony

Tyto elektrony mají oproti BSE malou energii. Vyznačují se nízkou energií menší než 50 eV [8], nejpravděpodobnější hodnota leží mezi 3 eV až 5 eV. Produkce sekundárních elektronů je nejvyšší při nízké energii primárního svazku.

SE vznikají při průchodu PE hmotou vzorku, jako důsledek nepružných srážek. Po ionizaci atomu se obvykle uvolní elektrony z atomového obalu, a pokud mají dostatečnou energii, mohou se ve vzorku pohybovat a následně se z něho uvolnit. Uniknout ze vzorku mohou pouze ty SE, které vznikly v jisté maximální hloubce pod povrchem zkoumaného preparátu, pokud vzniknou hlouběji, neuvolní se ze vzorku (viz obr. 2.9).

Složky sekundárních elektronů [8]:

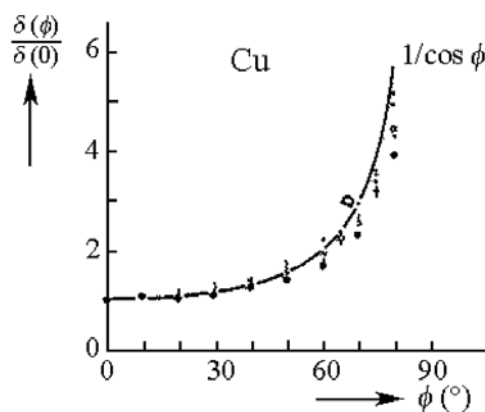
- SE1 - hlavní složka pro detekci, vznikají blízko dopadu PE na vzorek, jsou zdrojem topografické informace o vzorku,
- SE2 - přenášejí topografickou a materiálovou informaci o vzorku, generují je BSE (v blízkosti povrchu vzorku),
- SE3 - vznikají interakcí BSE s konstrukčními částmi mikroskopu.



Obr. 2.13 Závislost koeficientu emise SE δ na energii primárních elektronů E pro různé ϕ [3].

Koeficient emise SE udává poměr mezi proudem sekundárních elektronů a proudem primárního svazku:

$$\delta = \frac{I_{SE}}{I_{PE}} \quad (8)$$



Obr. 2.14 Závislost koeficientu emise sekundárních elektronů δ na úhlu dopadu primárního svazku ϕ pro Cu, naměřené hodnoty jsou srovnány se závislostí $1/\cos \phi$ [3].

2.5 Detekce signálů

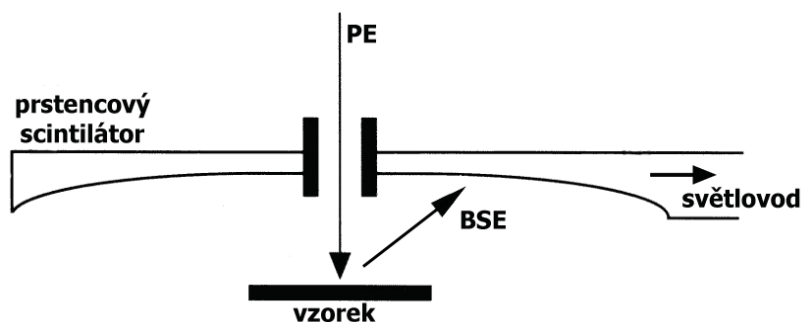
Detektor elektronů je prostředníkem mezi dějem, odehrávajícím se při interakci primárních elektronů s povrchem preparátu, při kterém dochází k uvolnění zejména SE

a BSE. Jedním ze základních požadavků, kladených na dobrý detektor elektronů v REM (EREM), je nízký šum. Oba tyto požadavky splňuje scintilační detektor s fotonásobičem, jehož princip spočívá ve zdvojené transformaci energie typu elektron - foton - elektron pomocí scintilátoru a fotonásobiče. V EREM lze pozorovat stejné signály jako v REM. Výjimku tvoří detekce Augerových elektronů, o kterých nemá smysl při vyšších tlacích uvažovat.

2.5.1 Detekce zpětně odražených elektronů v EREM

Detektory pro zpětně odražené elektrony musí být navrženy tak, aby jejich geometrické uspořádání odpovídalo požadavku na omezení délky dráhy elektronů v plynu. Těmto nárokům vyhovuje scintilační nebo polovodičový detektor.

Princip nejpoužívanějšího detektoru a to scintilačního s fotonásobičem, spočívá v přeměně elektronu na foton pomocí scintilátoru, následné přeměně na elektron a zesílení prostřednictvím elektrického fotonásobiče. Plyn v komoře vzorku zajišťuje omezení nabíjecích jevů, proto scintilátor detektoru nemusí být pokoven, pokud kovová vrstva slouží pouze k odvedení elektrického náboje z jeho povrchu.



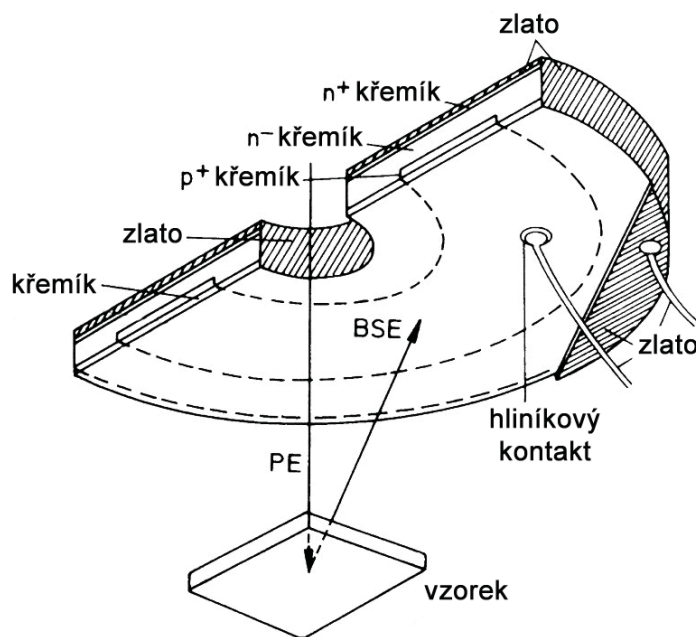
Obr. 2.15 Detektor BSE se scintilačním monokrystalem yttrito-hlinitého granátu aktivovaného cerem (YAG:Ce) [1].

Pro účinnou detekci i při vyšších tlacích lze dobře využít konstrukční uspořádání scintilačního detektoru s velkým sběrovým úhlem, který je na obr. 2.15. Prstencový scintilátor se středovým otvorem lze současně využít jako tlak omezující clonu. Pokud chceme dosáhnout co nejmenších ztrát elektronů primárního svazku při srážkách v plynném prostředí při vyšších tlacích, je zapotřebí u detektoru minimalizovat pracovní vzdálenost mezi vzorkem a poslední clonou.

Jako další detektor se používá v EREM hradlový (polovodičový) detektor, který funguje na principu PN přechodu (viz obr. 2.16). PN přechod je charakterizován vytvořením elektrického pole v oblasti prostorového náboje. Napětí, které toto pole vytvořilo, se nazývá

difúzní napětí. Páry elektron - díra, které se vytvářejí v tenké mezivrstvě po dopadu elektronů, jsou elektrickým polem přechodu rozděleny podle své polaritě a objeví se na výstupu detektoru [2].

Nevýhodou tohoto detektoru je skutečnost, že pro tvorbu obrazu s dostatečným kontrastem je potřeba větších proudů primárního elektronového svazku než u scintilačního detektoru.



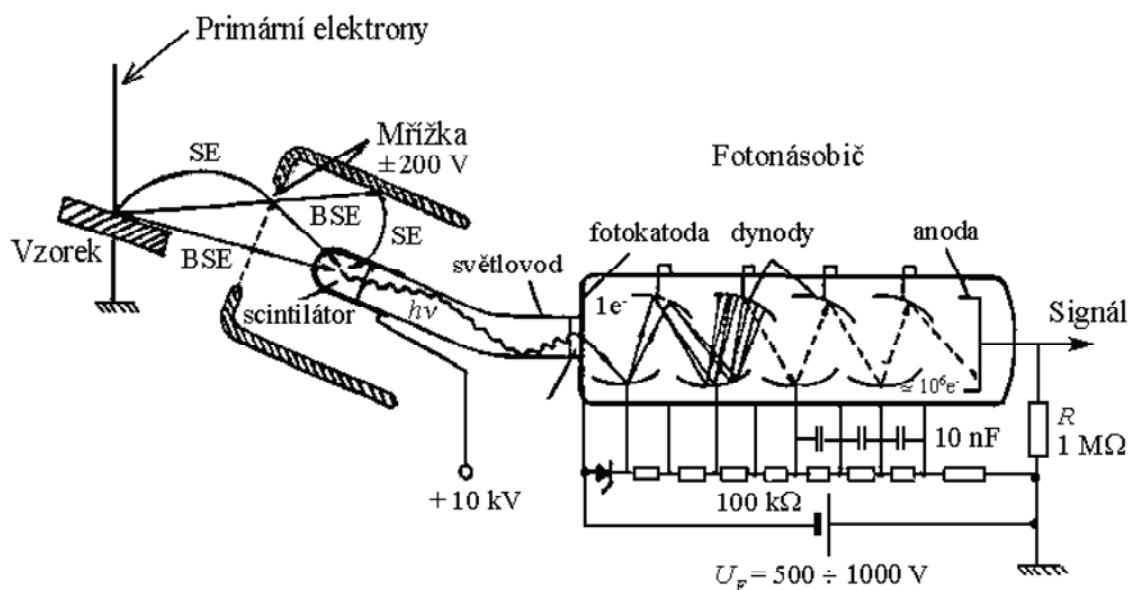
Obr. 2.16 Řez polovodičovým detektorem s PN přechodem [8].

2.5.2 Detekce sekundárních elektronů v EREM [2]

Jeden z možných detektorů pro detekci SE - scintilační, vyžaduje použití urychlovacího pole s potenciálem několika kilovoltů. V komoře vzorku s tlaky stovek až tisíců Pa nelze použít polovodičový ani scintilační detektor v klasickém uspořádání. Při těchto podmínkách není možné realizovat elektrické urychlovací pole, které by při nižším tlaku v komoře vzorku dodalo SE potřebnou energii pro generaci párů elektron – díra nebo vybuzení scintilací. Důvod, zamezující jejich použití je fakt, že by docházelo k elektrickým výbojům v plynu. Situaci řeší scintilační detektor popsáný v následující 3. kapitole, který má prostor se scintilátorem oddělen tlak omezujícími clonami od komory vzorku s vyšším tlakem.

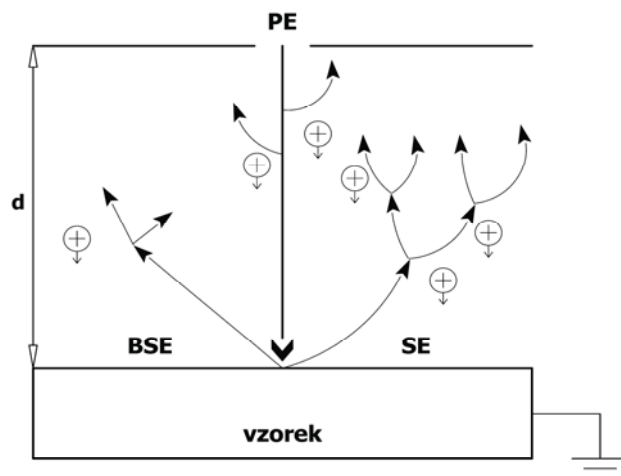
Scintilační detektor v klasickém uspořádání (tzn. pro REM) byl poprvé použit Everhartem a Thornleyem (obr. 2.17). Patří k nejčastěji používaným detektorům pro REM. Mezi hlavní části řadíme kolektor, scintilátor a fotonásobič.

Vrstva hliníku na povrchu scintilátoru (např. YAG) působí jako zpětné zrcadlo, odrážející světlo do světlovodu z PMMA. Aby ve scintilátoru vznikl dostatečný počet záblesků (fotonů),



Obr. 2.17 Schématické uspořádání Everhart - Thornleyova scintilačního detektoru s fotonásobičem pro detekci SE [3].

musí mít elektrony, které mají vyvolat záblesky, energii asi 10 keV. Pokud tuto energii nemají (tzn. SE), lze je urychlit pomocným kladným napětím obvykle 7 až 10 keV, které se přiloží na tenkou vrstvu hliníku. Uvedená hliníková vrstva současně slouží k odvádění elektrického náboje. Elektrické pole, které se vytvoří mezi povrchem vzorku a kolektorem (mřížka umístěná před scintilátorem), slouží k odsávání SE z povrchu vzorku. Na kolektor lze přiložit napětí -100 V až +400 V vůči vzorku (záporné pro snímání BSE a kladné pro detekci SE).



Obr. 2.18 Schéma ionizačního detektoru s vyznačeným mechanismem nárazové ionizace [1].

V této situaci lze také použít ionizační detektor (obr. 2.18), který k zesílení signálu využívá nárazovou ionizaci v plynech. Vzorek je uzemněn a plní funkci spodní elektrody

deskového kondenzátoru. Primární svazek elektronů vstupuje otvorem v horní elektrodě, která je ve srovnání se vzorkem na kladném potenciálu. Díky tomuto uspořádání se vytvoří mezi horní a spodní elektrodou dostatečná intenzita elektrického pole, která umožní vyvolání nárazové ionizace v plynu. Elektrony primárního svazku, SE a BSE jsou pro nárazovou ionizaci generačním zdrojem. Při nárazové ionizaci dojde k zesílení jednotlivých signálů.

3 Experimentální část

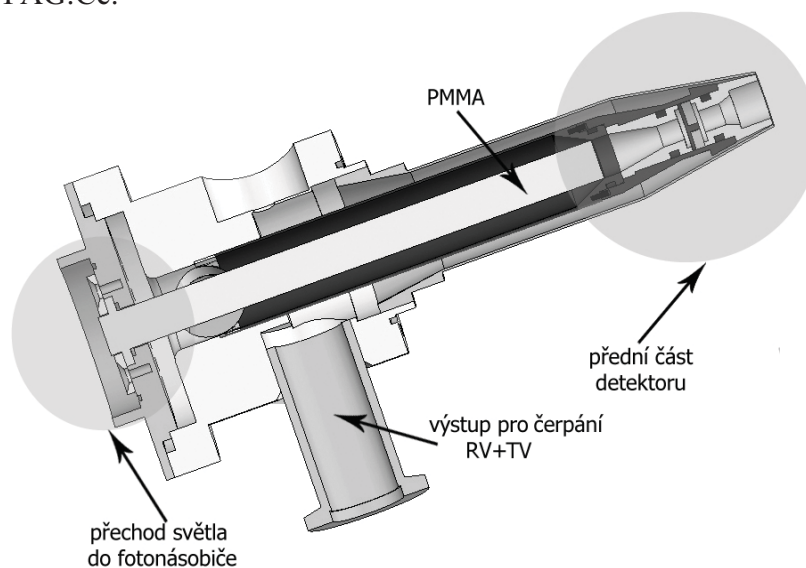
Tato kapitola se zabývá experimentálním scintilačním detektorem, upraveným pro detekci SE v EREM při vyšších tlacích v komoře vzorku. Detektor byl realizován na Ústavu elektrotechnologie FEKT VUT Brno a Ústavu přístrojové techniky AVČR v Brně. Mezi hlavní části této kapitoly patří simulace proudění plynů (SolidWorks COSMOS FloWorks) a drah SE v elektrostatickém poli (SIMION 8) uvnitř nově navrhnutých konstrukcí detektoru. Na závěr je vybrána konstrukce, která nejlépe splňuje podmínky pro správnou činnost detektoru v EREM, tzn. v ideálním případě - co nejnižší tlak v komoře scintilátoru a zároveň co nejúčinnější detekci SE.

3.1 Popis původního experimentálního scintilačního detektoru

Princip detektoru spočívá v možnosti omezení vysokého tlaku plynu v komoře scintilátoru pomocnou komorou diferenciálního čerpání a současně zajištění průchodu SE detektorem ke scintilátoru. Tlak plynu v komoře scintilátoru do několika Pa umožňuje přiložit k pokovenému scintilátoru napětí kolem 10 kV pro zajištění účinné scintilace bez nebezpečí vzniku elektrického výboje v tomto prostoru.

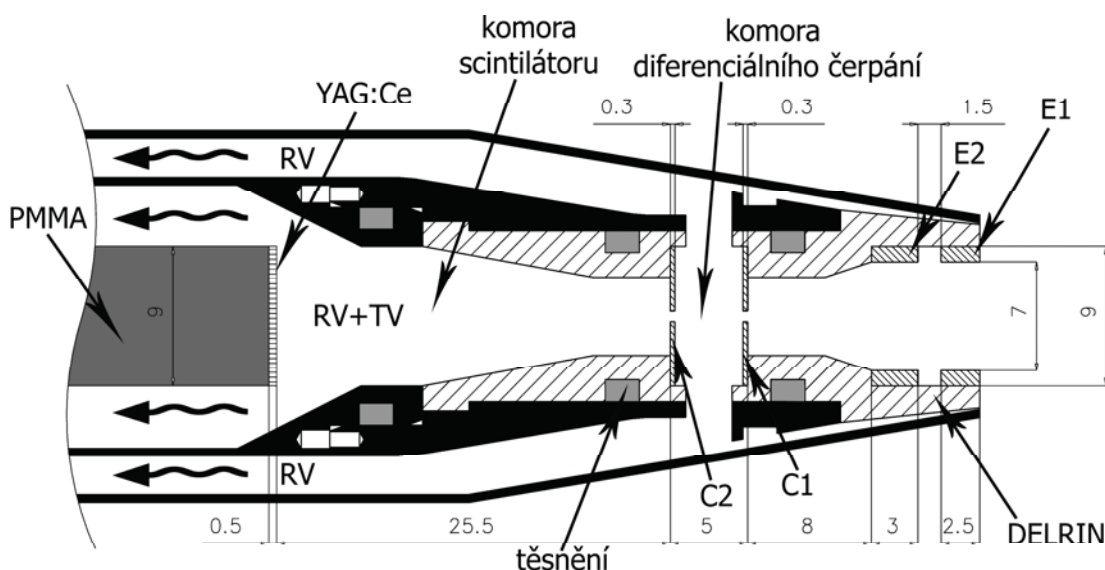
3.1.1 Komora diferenciálního čerpání

Scintilační detektor byl vytvořen pro detekci SE v EREM při vyšších tlacích v komoře vzorku. Vyřešil problém klasicky uspořádaných scintilačních detektorů, které vycházejí z konstrukce Everhart – Thornley. Problém spočívá v elektrických výbojích, vznikajících při vyšších tlacích v plynném prostředí při napětí 7 kV až 10 kV na pokoveném scintilátoru (napětí potřebné k dodání energie SE pro vybuzení scintilací). Scintilátor je obvykle tvořen monokrystalem YAG:Ce.



Obr. 3.1 Řez původním scintilačním detektorem.

Detektor předchází výbojům uspořádáním se dvěma clonami s malými otvory, mezi kterými je komora diferenciálního čerpání. Clony působí jako tlak omezující přepážky, umožní dosažení různých hodnot tlaku v jednotlivých částech scintilačního detektoru (viz obr. 3.2). Otvory clon umožňují SE, aby dolétly ke scintilátoru. Záporným jevem se stává fakt, že dle počítačových simulací až 80 % SE, které se dostanou do vnitřního prostoru detektoru, již nedolétnou do komory scintilátoru. Důvodem je zachycení urychlených SE některou z clonek C1, C2 nebo elektrodou E1, na kterých přiložené napětí může dosahovat hodnot řádově stovek voltů. Následující kapitoly řeší tuto problematiku s cílem, aby detektor dosáhl větší účinnosti detekce SE.



Obr. 3.2 Řez hlavní částí původního detektoru – základní rozměry a popis konstrukčních prvků.
(RV – rotační vývěva, TV – turbomolekulární vývěva, clony – C1 a C2, elektrody – E1 a E2).

3.1.2 Konstrukce a vakuový systém detektoru

Základem konstrukce je skelet detektoru z nerezové oceli, rozdělený do několika úseků, které na sebe souvisle navazují a tvoří kompletní systém. Skelet je doplněn o variabilní prvky mezi než patří soustava tvořena elektrodami E1 a E2 ve formě mosazných kroužků a clony C1, C2. Clony mohou být vyrobeny z mědi nebo mosazi o tloušťce 300 - 400 μm s otvorem ve středu o průměru 600 - 800 μm , což dostatečně omezuje proudění plynu. Důležitým parametrem pro účinnost detekce SE je vzdálenost scintilátoru od komory diferenciálního čerpání.

Nejvýznamnějšími konstrukční prvky detektoru, jejichž nastavení je podstatné pro detekci SE, jsou clony a elektrody, na které je přivedeno napětí. Úkolem elektrod E1 a E2 je zajišťovat přitažení (odsání) co největšího množství SE z povrchu vzorku a následovně

je co nejlépe zaostřit do otvoru v cloně C1. Napětí na clonách C1 a C2 vytváří elektrostatické pole, které SE poskytne dostatečnou energii pro průlet diferenciální komorou detektoru a jejich zaostření do otvorů clonek. Poté jsou elektrony přitaženy vysokým kladným napětím na pokoveném (Al) scintilátoru, kde dochází ke generaci fotonů. Množství vytvořených fotonů je přímo úměrné počtu urychlených SE (E_{SE} musí být asi 10 keV), které dopadnou na scintilátor. Mimo vakuum je umístěn fotonásobič, který zachytí světelný signál a převede jej opět na elektrický, hodnota zesílení je zhruba 1 000x až 1 000 000x.

K dosažení požadovaných tlaků v detektoru jsou použity dvě rotační a jedna turbomolekulární vývěva (viz obr. 3.2). Hodnota tlaku v prostoru scintilátoru musí dosahovat hodnoty, která je menší než 6 Pa, aby nedocházelo k elektrickým výbojům v plynu. V přechodovém prostoru mezi clonami je tlak v rozmezí od 20 Pa do 50 Pa (závislost na tlaku v komoře vzorku EREM).

3.2 Popis nových konstrukčních řešení detektoru

Důvodem rekonstrukce detektoru SE byla velká ztráta detekovaných SE, uvolňujících se ze vzorku, na clonách C1 a C2. Nové konstrukce detektoru se od původní odlišují především počtem clon pro zajištění poklesu tlaků a použitým scintilátorem, který je menší než původní (9 mm), má průměr 7 mm a je kónický. Původní konstrukce obsahuje dvě clony, které oddělují komoru scintilátoru a komoru vzorku (vytváří čerpaný meziprostor – diferenciální komoru). Nové verze obsahují pouze jednu clonu s otvorem o průměru 0.6 mm až 0.9 mm. Druhá clona je nahrazena tělískem (typ SD-01, 02), jež je umístěno v ose detektoru před clonou (usměrňuje proudění plynu) nebo speciální elektrodou (typ SD-04) s otvorem o průměru 2 mm až 3 mm. Odlišné řešení nabízí typ SD-03, který také obsahuje jednu clonu, s tím rozdílem, že je “dutá” a vytváří tak minimalizovanou diferenciální komoru.

Další změna se týká vnitřního pláště, bylo odstraněno jeho rozdělení na dvě části. Jejich spoj zmenšoval vnitřní prostor detektoru a bránil tak posunu scintilátoru blíže ke cloně C2 původního detektoru (viz obr. 3.2). Vnitřní plášť není u nové verze rozdělený na dvě části, ale je navržen z jednoho dílu a nevytváří v detektoru zúžený prostor. Otvory pro čerpání RV, rozmístěné pravidelně po obvodu vnitřního pláště, pomocí kterých se čerpá prostor v okolí tělíska, se zvětšily a jejich počet se snížil z původních 4 na 3. Změny vnitřní konstrukce detektoru jsou pro jednotlivé verze popsány v následujících kapitolách.

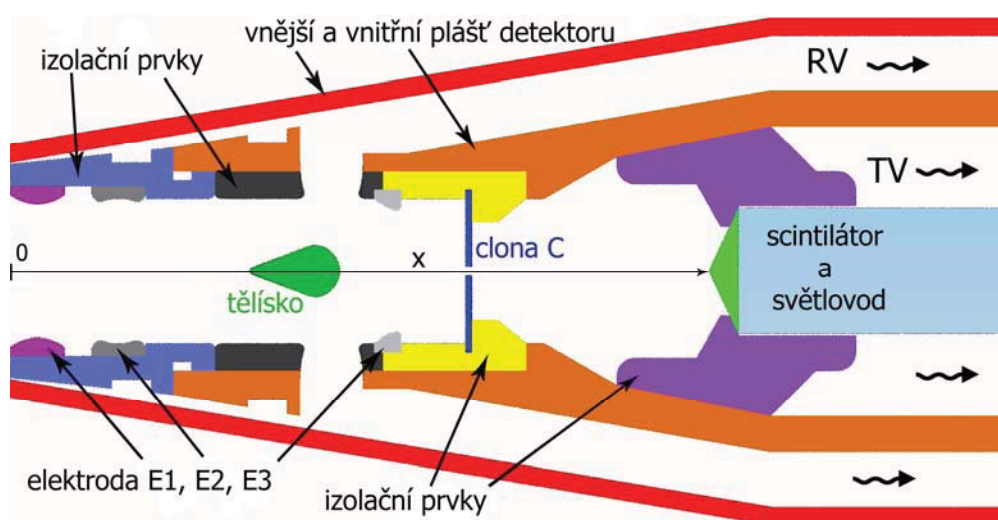
3.2.1 Problémy plynoucí z redukce počtu clon

- RV, která dříve čerpala především diferenciální komoru, nyní čerpá ve větší míře komoru vzorku. Zřejmě se bude muset zvýšit množství připouštěných vodních par do komory vzorku, aby se zde udržel stabilní pracovní tlak.

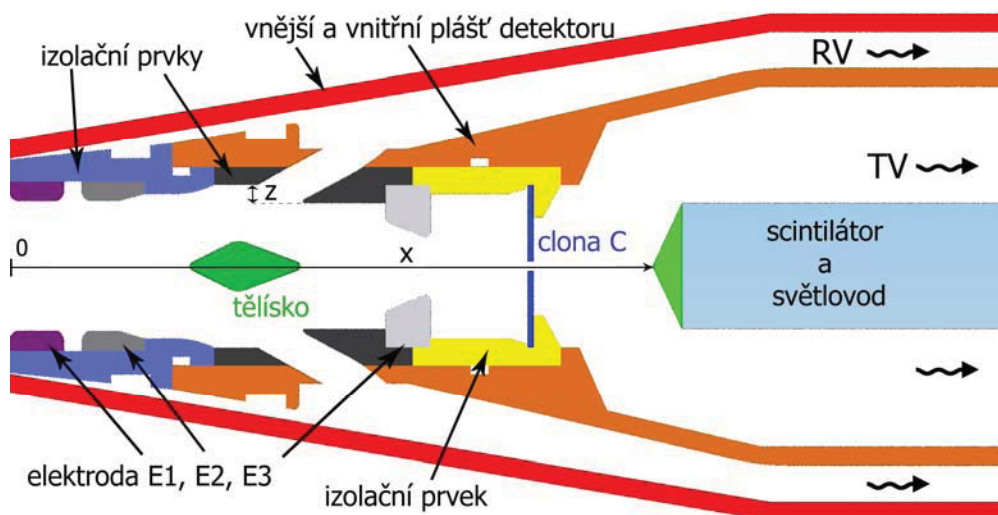
- Nově je potřebné řešit problematiku čerpání prostoru v okolí tělíska, popř. speciální elektrody a pohyb sekundárních elektronů ke scintilátoru.

3.2.2 Konstrukce detektoru SD-01, 02

Mezi nejdůležitější prvky nové konstrukce SD-01, 02 (viz obr. 3.3, 3.4) lze zařadit elektrody E1, E2, E3, tělísko (obr. 3.5) a clonu s otvorem, na tyto elektricky vodivé prvky lze přiložit napětí. Mezi jednotlivými zmíněnými prvky jsou izolační části, které brání dotyku mezi elektrodami a oddělují je od uzemněných prvků – vnitřního a vnějšího pláště detektoru.



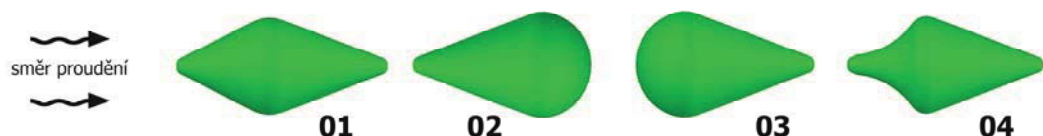
Obr. 3.3 Řez hlavní částí detektoru typ SD-01 – základní popis prvků.



Obr. 3.4 Řez hlavní částí detektoru typ SD-02 – základní popis prvků.

- Elektroda E1 a E2 – tyto prvky zajišťují svým kladným napětím odsávání SE ze vzorku a jejich nasměrování k tělísku.

- Tělísko – umístěné před clonou, jeho úkolem je usměrnit proudění odčerpávaného proudícího plynu do stran, kde je odčerpáván RV a snížit tlak před clonou C. Pokud dojde ke snížení tohoto tlaku lze předpokládat snížení tlaku v komoře scintilátoru a dosažení hodnoty tlaku 2 Pa až 3 Pa u scintilátoru (podmínka správné funkce scintilačního detektoru, aby nedocházelo k výbojům v plynu při přiložení napětí řádově 10 kV k pokovené vrstvě scintilátoru).



Obr. 3.5 Typy tělísek s naznačeným směrem proudění čerpaného plynu.

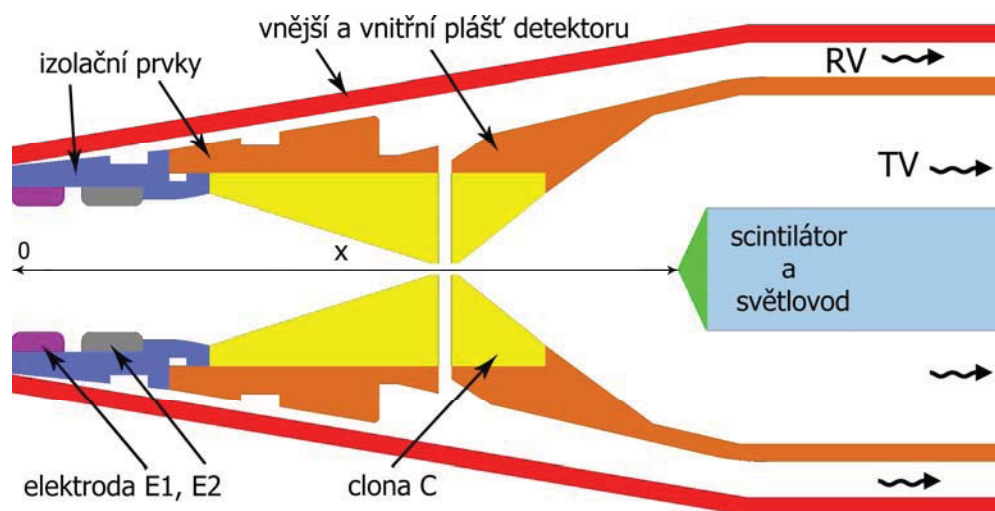
- Elektroda E3 – tento prvek má přiloženým napětím (záporné) a tvarem zaostřit SE do otvoru v cloně C.
- Clona C – především omezuje proudění plynu mezi komorou scintilátoru a prostorem v okolí tělíska, přiložené napětí na cloně (asi do 1 kV) zajišťuje částečné přitažení SE a jejich průlet otvorem (0.7 mm až 0.9 mm) do komory scintilátoru.
- Odsávací otvory RV – otvory pro odsávání plynu (s vodními parami) jsou umístěny za tělískem. Těmito otvory se odsává plyn, který je pomocí tělíska odkloněn do stran. Jejich tvar se liší – typ SD-01 má otvory kolmo k ose detektoru a typ SD-02 je má zešíkmeny pod úhlem, aby se zmenšil odpor vůči proudícímu plynu.

Pozn.: U verze SD-02 došlo ke zvětšení prostoru v okolí scintilátoru, tuto úpravu především umožnilo zúžení vnitřního pláště ze 2 mm na 1 mm. Tato změna byla provedena jako opatření k zamezení výbojů mezi stěnou pláště (uzemněna) a scintilátorem s přiloženým napětím až 10 kV (odstranění izolačního prvku v okolí scintilátoru).

3.2.3 Konstrukce detektoru SD-03

Konstrukce SD-03 se od předcházejících verzí liší především absencí elektrody E3, která je nahrazena, společně s klasickou clonou, clonou atypického tvaru (viz obr. 3.6). Ve cloně jsou po obvodu pravidelně rozmístěny tři otvory, vytváří minimalizovanou diferenciální komoru, která zároveň tvoří propojení s prostorem, čerpaným RV. Základní přednosti této clony - vstupní kužel zajišťuje, díky svému tvaru, snadnější zaostření SE do otvoru v cloně a postupné zúžení zvyšuje odpor vůči proudícímu plynu; minimalizovaná diferenciální komora omezuje proudění plynu do komory scintilátoru a současně se zmenšuje pravděpodobnost zachycení urychlených SE na povrchu clony, tzn. zvýšení účinnosti detekce.

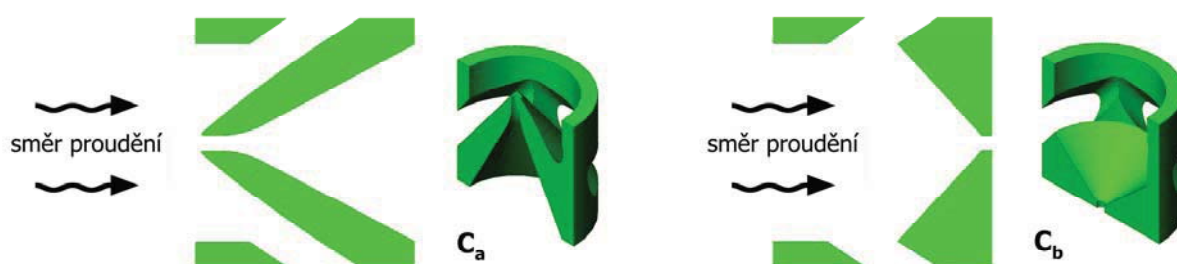
Další rozdíl se týká materiálu vnitřního pláště, který není z oceli, ale je navržen z plastu – delrin, elektricky izoluje clonu od okolních prvků detektoru a zamezuje výbojům v plynu.



Obr. 3.6 Řez hlavní částí detektoru typ SD-03 – základní popis prvků.

3.2.4 Konstrukce detektoru SD-04

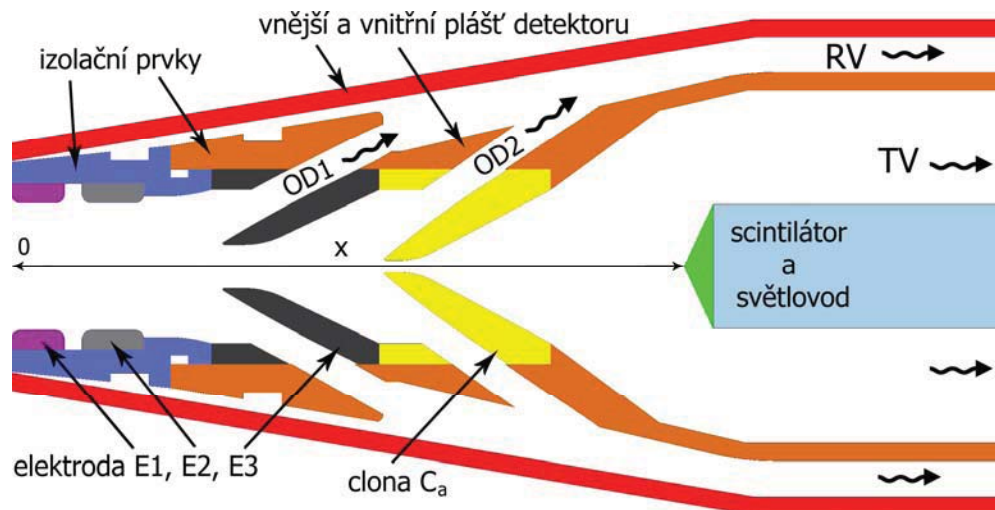
Poslední verze detektoru SD-04 (obr. 3.8) vychází z SD-02 a SD-03. Konstrukce obsahuje dvojici zešíkmených odsávacích tvorů OD1 a OD2, které mají svým tvarem a umístěním zajišťovat odvod plynu tak, aby došlo k minimalizaci proudění plynu do komory scintilátoru. Plyn, který se dostane za speciální elektrodu E3 (otvorem o průměru 2,5 mm) by měl být částečně odsáván RV (otvory OD2).



Obr. 3.7 Typy clon C_a a C_b v řezu (3D pohled) použité v konstrukci SD-04.

Elektroda E3 je konstruována tak, aby zlepšila schopnost detektoru usměrnit odsávané SE a přiblížit je co nejblíže ose (snížit jejich rozptyl). Clona použitá v této konstrukci má dvě odlišné verze (viz obr. 3.7). Clona C_a má teoreticky lépe směřovat plyn a C_b má rozdíl od C_a zase lepší předpoklady pro zaostření SE do otvoru (0.7 mm) v cloně.

Stejně jako u SD-03 je i zde použit vnitřní plášť detektoru z plastu. V případě výroby této verze by se muselo vyřešit odizolování E3 od clony – např. teflonovým prstencem, který by se vložil mezi oba zmiňované prvky (kapitola – popis finální konstrukce).



Obr. 3.8 Řez hlavní částí detektoru typ SD-04 – základní popis prvků.
(OD1, 2 – odsávací otvory RV).

3.3 Simulace proudění plynů

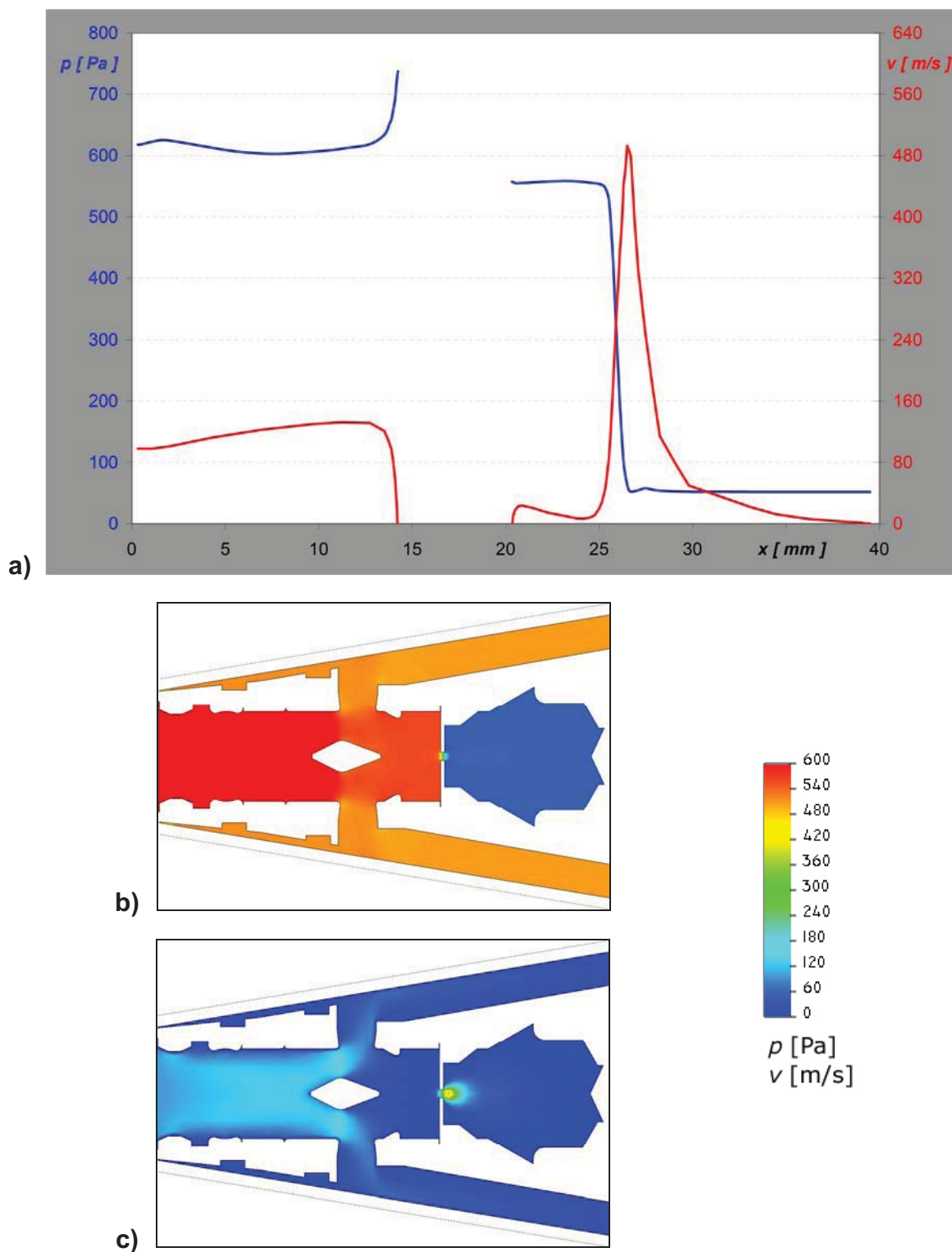
Simulace proudění plynů byly provedeny v programu SolidWorks COSMOSFloWorks 2006 (pro vzduch) a 2008 (pro vodní páry). Tato aplikace umožňuje simulovat proudění plynů, kapalin nebo přenos tepla. V provedených experimentech byla využita především schopnost programu určit rozložení tlaku a rychlosti proudění plynu uvnitř detektoru, možnost zobrazit vektory rychlosti pohybujícího se média (vzduchu, vodní páry). Simulace byly časově náročné, doba výpočtu jedné experimentální konstrukce se pohybovala od 3 do 4 týdnů pro vzduch (3 až 6 dní pro vodní páry).

Vstupní parametry používané pro simulaci:

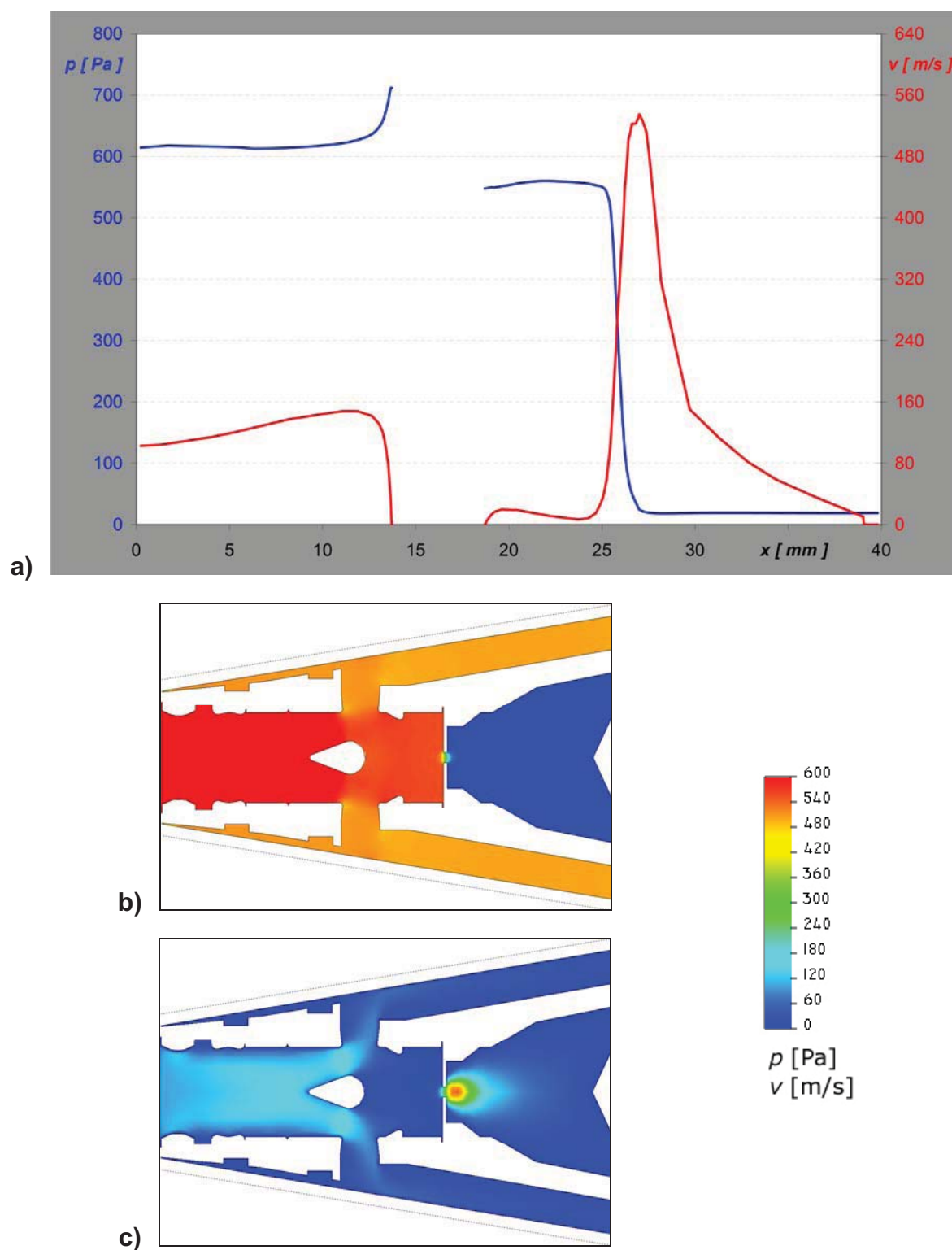
- čerpací rychlosti vývěv - TV => 10 l/s, 150 l/s (pouze pro SD-01); RV => 5.56 l/s,
- tlak v komoře vzorku $p_{kv} = 600$ Pa,
- počáteční průměrný statický tlak v detektoru $p_s = 400$ Pa (urychlení výpočtu).

V následujících kapitolách 3.3.1 až 3.3.5 jsou uvedena grafická zpracování simulací proudění plynů pro vybraná konstrukční řešení (další konstrukce viz příloha P1, 2, 3).

3.3.1 Konstrukce SD-01

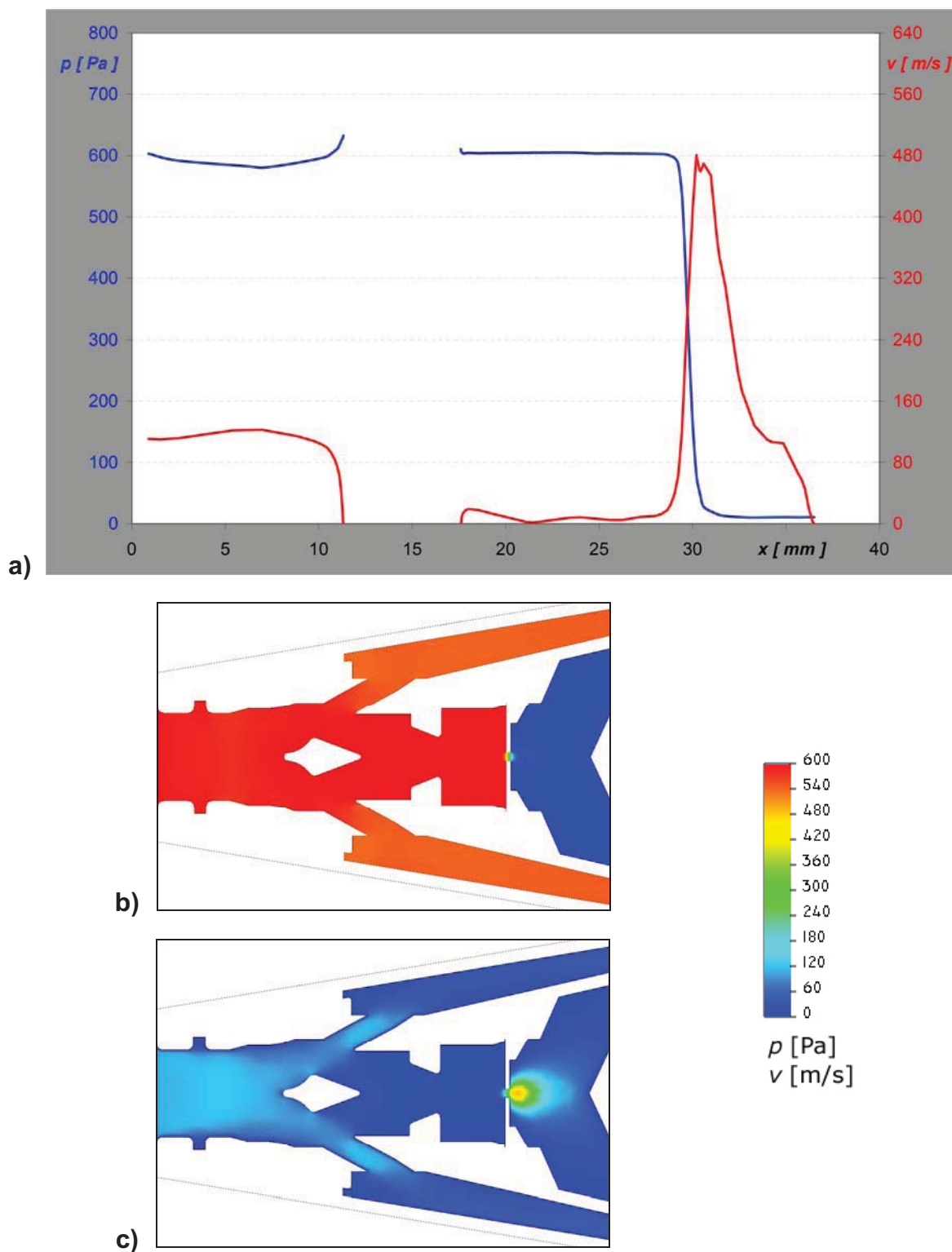


Obr. 3.9 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro verzi SD-01 (clona 0.7, tělísko 01): **a)** závislost tlaku p , rychlosti proudění v na vzdálenosti x (ústí detektoru – scintilátor) v ose detektoru, $p_{ks} = 51.8$ Pa; **b)** zobrazení rozložení tlaku v řezu detektoru pomocí barevného spektra; **c)** zobrazení rychlosti vzduchu v řezu detektoru pomocí barevného spektra.

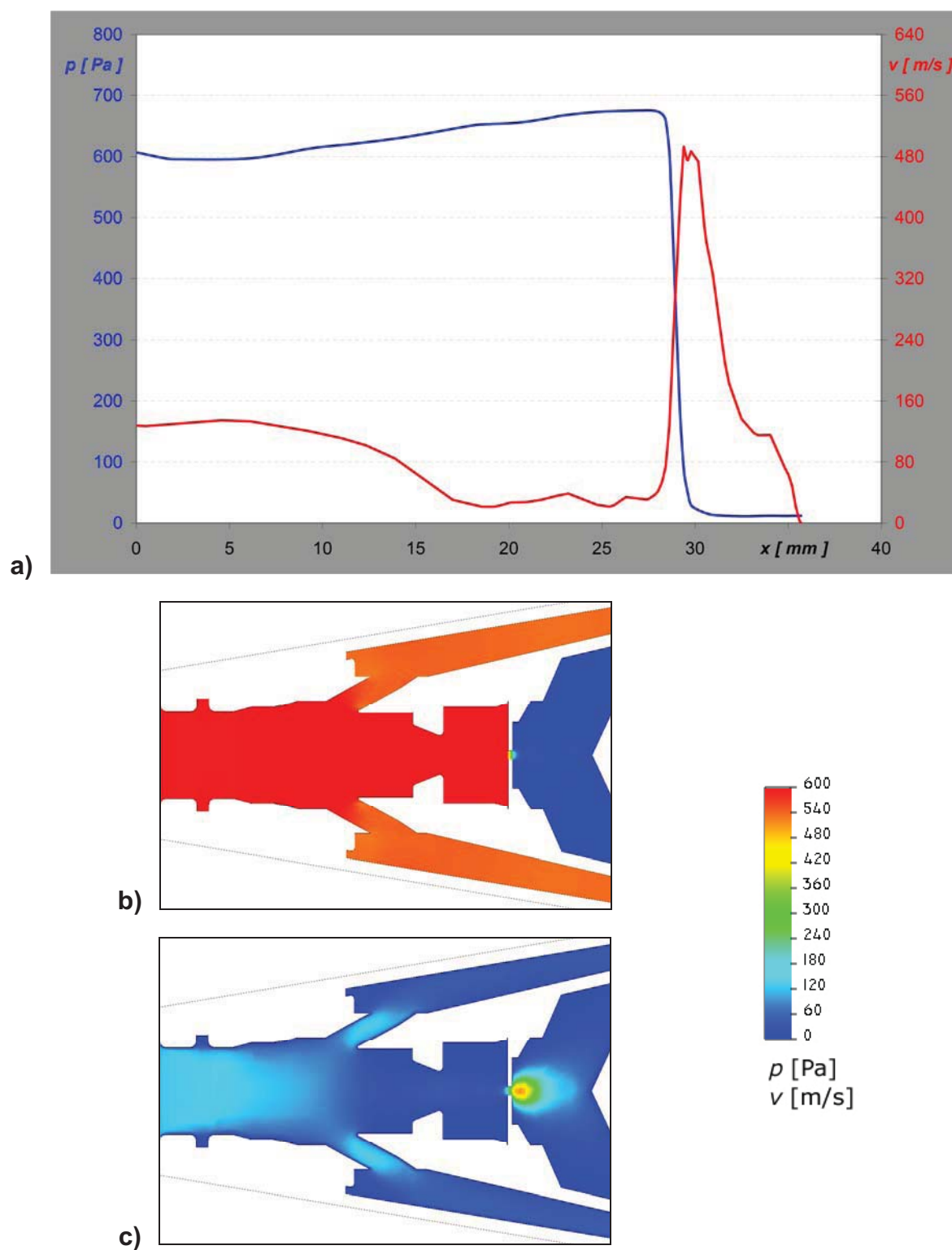


Obr. 3.10 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro verzi SD-01 (clona 0.9, tělísko 02, bez izolace v okolí scintilátoru): **a)** závislost tlaku p , rychlosti proudění v na vzdálenosti x (ústí detektoru – scintilátor) v ose detektoru, $p_{ks} = 18.9$ Pa; **b)** zobrazení rozložení tlaku v řezu detektoru pomocí barevného spektra; **c)** zobrazení rychlosti vzduchu v řezu detektoru pomocí barevného spektra.

3.3.2 Konstrukce SD-02

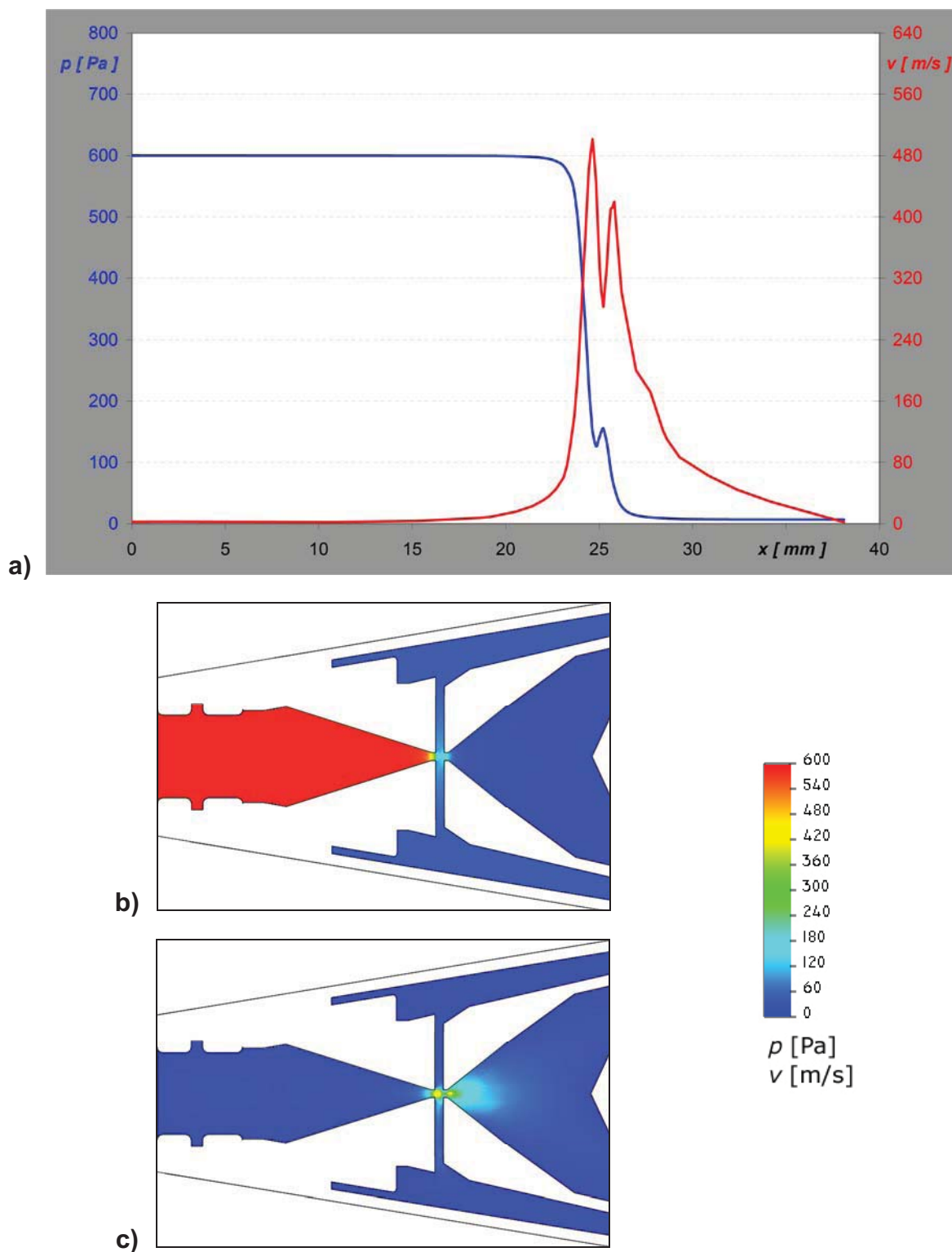


Obr. 3.11 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro verzi SD-02 (clona 0.7, tělísko 04, $z = 1$ mm): **a)** závislost tlaku p , rychlosti proudění v na vzdálenosti x (ústí detektoru – scintilátor) v ose detektoru, $p_{ks} = 10.5$ Pa; **b)** zobrazení rozložení tlaku v řezu detektoru pomocí barevného spektra; **c)** zobrazení rychlosti vzduchu v řezu detektoru pomocí barevného spektra.



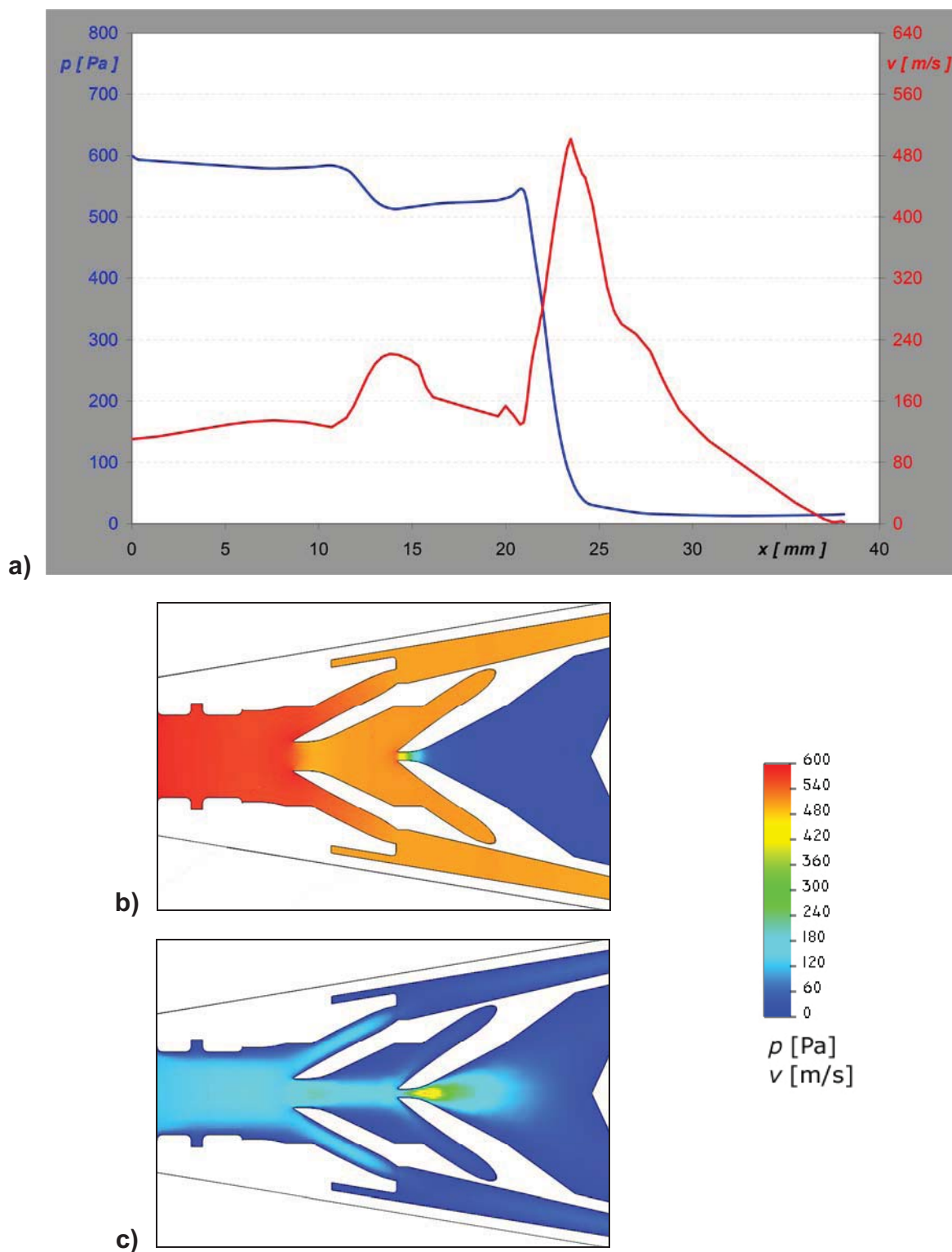
Obr. 3.12 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro verzi SD-02 (clona 0.7, bez tělíska, $z = 1$ mm): **a)** závislost tlaku p , rychlosti proudění v na vzdálenosti x (ústí detektoru – scintilátor) v ose detektoru, $p_{ks} = 11.9$ Pa; **b)** zobrazení rozložení tlaku v řezu detektoru pomocí barevného spektra; **c)** zobrazení rychlosti vzduchu v řezu detektoru pomocí barevného spektra.

3.3.3 Konstrukce SD-03

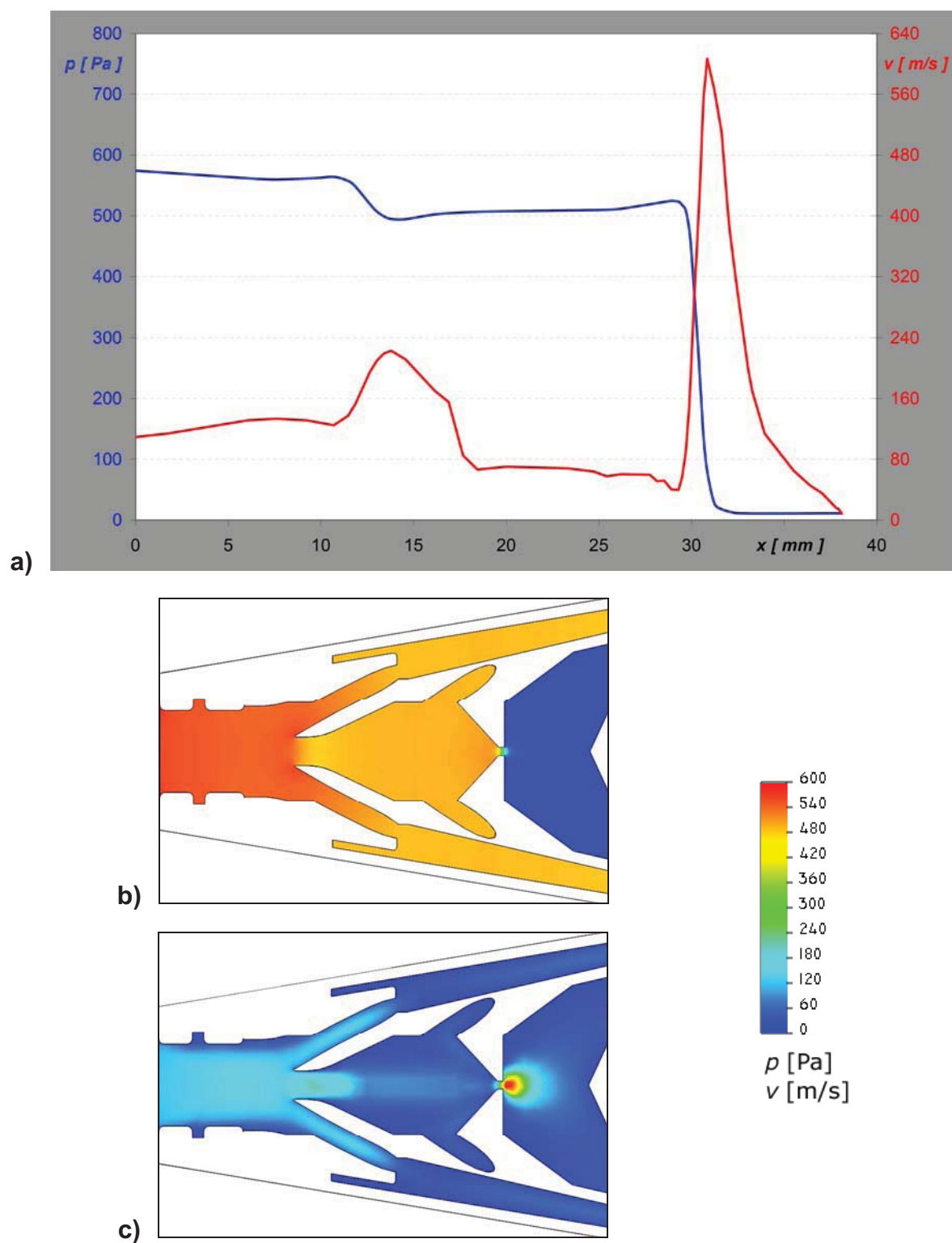


Obr. 3.13 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudící vodní páry pro verzi SD-03 (clona 0.7):
a) závislost tlaku p , rychlosti proudění v na vzdálenosti x (ústí detektoru – scintilátor) v ose detektoru, $p_{ks} = 6.7$ Pa; **b)** zobrazení rozložení tlaku v řezu detektoru pomocí barevného spektra; **c)** zobrazení rychlosti vodní páry v řezu detektoru pomocí barevného spektra.

3.3.4 Konstrukce SD-04

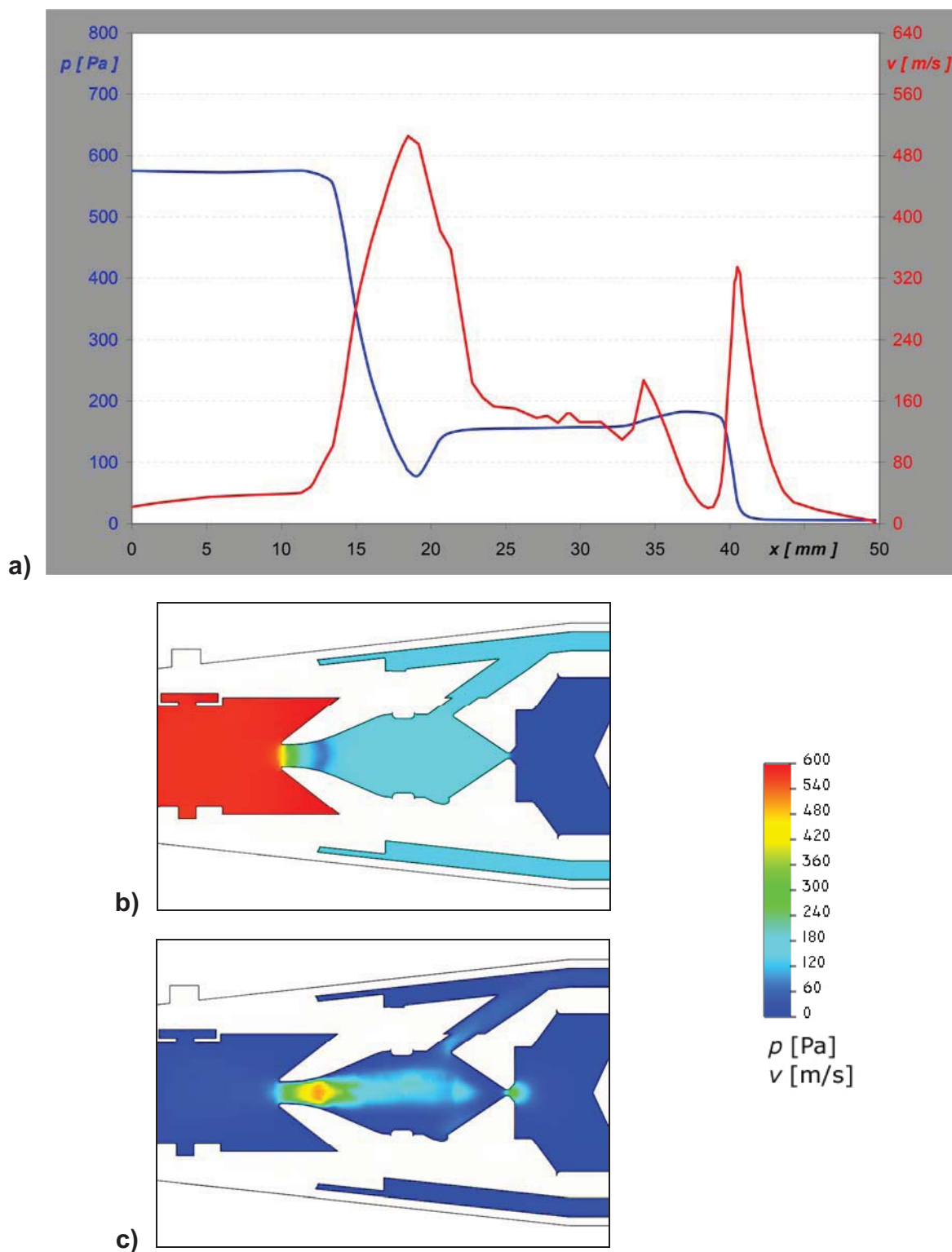


Obr. 3.14 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudící vodní páry pro verzi SD-04 (clona C_a , odsávací otvory OD1, 2): **a)** závislost tlaku p , rychlosti proudění v na vzdálenosti x (ústí detektoru – scintilátor) v ose detektoru, $p_{ks} = 15.4$ Pa; **b)** zobrazení rozložení tlaku v řezu detektoru pomocí barevného spektra; **c)** zobrazení rychlosti vodní páry v řezu detektoru pomocí barevného spektra.



Obr. 3.15 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudící vodní páry pro verzi SD-04 (clona C_b, odsávací otvory OD1, 2): **a)** závislost tlaku p , rychlosti proudění v na vzdálenosti x (ústí detektoru – scintilátor) v ose detektoru, $p_{ks} = 11.0$ Pa; **b)** zobrazení rozložení tlaku v řezu detektoru pomocí barevného spektra; **c)** zobrazení rychlosti vodní páry v řezu detektoru pomocí barevného spektra.

3.3.5 Finální konstrukce



Obr. 3.16 Grafická znázornění tlaku a rychlosti proudícího vzduchu pro upravenou verzi SD-04 (clona C_b , odsávací otvory OD2): **a)** závislost tlaku p , rychlosti proudění v na vzdálenosti x (ústí detektoru – scintilátor) v ose detektoru, $p_{ks} = 5.7$ Pa; **b)** zobrazení rozložení tlaku v řezu detektoru pomocí barevného spektra; **c)** zobrazení rychlosti vzduchu v řezu detektoru pomocí barevného spektra.

3.3.6 Shrnutí výsledků simulací

Prováděné simulace proudění plynů pro jednotlivé verze detektorů jsou v předchozích odstavcích prezentovány ve formě obrázků, které graficky znázorňují pomocí barevného spektra tlak a rychlost proudícího média uvnitř vybraných konstrukcí detektoru. Dále jsou graficky znázorněny změny tlaku a rychlosti v závislosti na vzdálenosti od ústí detektoru po scintilátor (v ose detektoru).

Pokud porovnáme výstupní hodnoty ze simulací uskutečněných pro vzduch a vodní páry pro danou konstrukci, jsou výsledky v rámci nastavené přesnosti simulačního programu prakticky totožné. Z toho důvodu jsou všechny uvedené konstrukce s použitím vzduchu i vodních par posuzovány společně.

Ze simulací jsou dobře patrná kritická místa důležitá pro samotný návrh konstrukce. Mezi tato místa lze zařadit především oblasti se zvýšenou rychlostí proudění plynu (až dvojnásobek rychlosti zvuku) a oblasti, kde dochází k jeho hromadění (lokální zvýšení tlaku).

V tabulce 1.1 je porovnán významný parametr pro návrh detektoru - tlak v komoře scintilátoru pro vybrané konstrukce. Byly vybrány pouze konstrukce, které měly podstatný přínos pro vytvoření finální verze detektoru.

Tab. 1.1 Porovnání tlaku v komoře scintilátoru p_{ks} (u scintilátoru) pro vybrané konstrukce detektoru.

Konstrukce		médium	p_{ks} [Pa]
SD-01	clona 0.7, tělísko 01	vzduch	51.8
	clona 0.9, tělísko 02, bez izolace v okolí scintilátoru	vzduch	18.9
SD-02	clona 0.7, tělísko 04	vzduch	10.5
	clona 0.7, bez tělísky	vzduch	11.9
SD-03	clona 0.7	vodní pára	6.7
SD-04	clona C _a , odsávací otvory OD1, 2	vodní pára	15.4
	clona C _b , odsávací otvory OD1, 2	vodní pára	11.0
Finální	clona C _b , odsávací otvory OD2	vzduch (vodní pára)	5.7 (4.6)

Konstrukce SD-01

Z grafických závislostí tlaku na vzdálenosti od ústí detektoru po scintilátor – obr. 3.9, 3.10 je patrné, že použití izolace v okolí scintilátoru má velký vliv na čerpání komory scintilátoru. Tlak v komoře scintilátoru je výrazně menší pokud izolace není použita. Další nevýhodou použití izolace v okolí scintilátoru je možnost jejího nabíjení po dopadu elektronů, což by ve svém důsledku mohlo způsobit zhoršení detekce SE.

Při porovnání rozdílných čerpacích rychlostí TV 10 l/s a 150 l/s u varianty s otvorem ve cloně o průměru 0.9 mm, bez izolace v okolí scintilátoru zjistíme, že ačkoliv čerpací rychlost TV zvýšíme 15-ti násobně, na tlak v komoře scintilátoru to příliš velký vliv nemá. V daném případě dojde ke snížení tlaku pouze o 2.1 Pa na hodnotu 16.8 Pa. Přitom je pro správnou funkci detektoru, na základě předchozích zkušeností, zapotřebí dosáhnout tlaku menšího než 6 Pa.

Pokud srovnáme varianty s otvory ve clonách o průměru 0.6 mm a 0.7 mm (viz obr. P1 – 1, 2) a s tělískem 01, je patrné, že otvor ve cloně má značný vliv na sledovaný tlak v komoře scintilátoru. V daném případě došlo při zmenšení průměru otvoru pouze o 0.1 mm k poklesu tlaku o 10.5 Pa na hodnotu 43.9 Pa. Tato hodnota tlaku byla nejnížší dosažená pro variantu s použitou izolací v okolí scintilátoru. U varianty bez izolace a navíc s větším otvorem ve cloně C o průměru 0.9 mm bylo dosaženo hodnoty tlaku 16.8 Pa v komoře scintilátoru.

U verzí detektorů s tělísky je zřejmé, že dochází k omezení velikosti tlaku za tělískem a tím i ke snížení tlaku v komoře scintilátoru asi o 3 Pa, v porovnání s verzemi bez tělíska.

Konstrukce SD-02

Z provedených simulací bylo zjištěno, že typ použitého tělíska (obr. 3.5) nemá vliv na konečný tlak v komoře scintilátoru. Pokud by se mělo vybrat nejlepší tělísko, bylo by to tělísko 04, které se zdá být ke směřování plynu nejvhodnější. Z uvedeného důvodu bylo použito pro většinu simulací u konstrukcí detektoru SD-02.

Simulace dále ukázaly, že pomocné otvory pro sání RV umístěné před clonou C resp. elektrodou E3, nemají vliv na konečnou hodnotu tlaku v komoře scintilátoru. U obou provedených simulací bylo dosaženo přibližně stejného tlaku (10.5 Pa), jako u konstrukce bez pomocných otvorů (obr. P2 - 2).

Konstrukce, dosahující nejnížšího tlaku v komoře scintilátoru (9.14 Pa), má v clonce více otvorů (jeden otvor o průměru 0.575 mm uprostřed clony a čtyři o průměru 0.2 mm, rovnoměrně rozmístěné po obvodu). Celková plocha všech otvorů přibližně odpovídá samostatnému otvoru o průměru 0.7 mm, který byl použit u většiny konstrukcí. Více otvorů v cloně umožňuje větší rozptyl odsávaného plynu za clonou v komoře scintilátoru a tím minimalizuje jev, který je patrný u zbylých konstrukcí – plyn, proudící clonou, se částečně hromadí v okolí scintilátoru a zvyšuje zde lokálně tlak.

U realizovaných simulací bylo pozorováno prudké snížení rychlosti proudícího plynu mezi tělískem a clonou. TV, která čerpá plyn za tělískem (clonou), dokáže odčerpávat většinu plynu, který se dostane za tělísko a není odčerpán RV, dochází k “rovnováze“. Záporným jevem zůstává skutečnost, že TV s vysokou čerpací rychlostí stále čerpá otvorem v cloně do komory scintilátoru příliš velký objem plynu, který u scintilátoru následně zvyšuje tlak.

Výstupy ze simulací dále ukazují, že proudící plyn je tělískem dobře odkláněn do odsávacích otvorů, které jsou umístěny šikmo. Uvedené uspořádání, má však jen minimální vliv na tlak plynu za tělískem a tedy nedochází ani k poklesu tlaku v komoře scintilátoru, jak se předpokládalo. Při porovnání hodnot tlaku v komoře scintilátoru pro totožné konstrukce - s a bez tělíska (viz obr. 3.11, 12), jsou patrné pouze malé rozdíly, např. tlak se snížil pro konstrukci s tělískem jen o 1.4 Pa. Důsledkem tohoto zjištění bylo odstranění tělíska z konstrukce detektoru a hledání jiných alternativ pro konstrukci detektoru.

Konstrukce SD-03

Pro tuto verzi byla provedena jen jedna simulace, protože se jedná o konstrukci s minimem nastavitelných parametrů.

Na obrázku 3.13 lze pozorovat, jak účinně dokáže minimalizovaná diferenciální komora snížit tlak v komoře scintilátoru. Trojice odsávacích otvorů RV o průměru 1 mm, umožnila odčerpávat plyn právě v místě, kde je nejvyšší rychlost proudění plynu clonou a tím redukovat množství plynu, které se dostane až za clonu. Rychlost proudění plynu je v celé této konstrukci nižší než u předchozích verzí, což do značné míry také snižuje objem plynu čerpaného z komory vzorku (600 Pa) do detektoru a tím přispívá ke snížení tlaku v celém detektoru. Tato konstrukce se jako první dostala pod hranici tlaku 10 Pa v komoře scintilátoru.

Konstrukce SD-04 a finální konstrukce

Ze simulací vyplývá, že verze SD-04 s clonou C_a (obr. 3.14) se od verze s clonou C_b (obr. 3.15) liší především v rychlosti proudění plynu mezi elektrodou E3 a clonou. U verze s clonou C_a , která má otvor ve vrcholu kužele blízko elektrodě E3, se rychle proudící plyn nestačí rozptýlit do odsávacích otvorů OD2 a tím se dostává přímo do otvoru v cloně a do komory scintilátoru. Při použití clony C_b má proudící plyn dostatek prostoru, tím se snížila jeho rychlost proudění a RV mohla odsávacími otvory OD2 odčerpat větší objem plynu a tím snížit tlak plynu před clonou. V obou případech se velká část objemu plynu z komory vzorku odsávala otvory OD1.

U finální konstrukce, která vychází právě z konstrukce s clonou C_b , navíc došlo ke snížení rychlosti proudění plynu v ústí detektoru (jako SD-03). Tohoto stavu bylo dosaženo odstraněním odsávacích otvorů OD1, čímž se zvýšila rychlost proudění elektrodou E3, ale zároveň je kladen proudícímu plynu z komory vzorku větší odpor, díky tvaru elektrody. Úpravou došlo ke snížení nasávaného objemu plynu. Dále byl upraven tvar clony v komoře scintilátoru (kuželovitý tvar), díky kterému nedochází k lokálnímu zvýšení rychlosti proudění a tlaku plynu. Uvedené úpravy umožnily snížení tlaku v komoře scintilátoru pod 6 Pa, což je stanovená podmínka pro správnou funkci detektoru.

3.4 Simulace drah SE

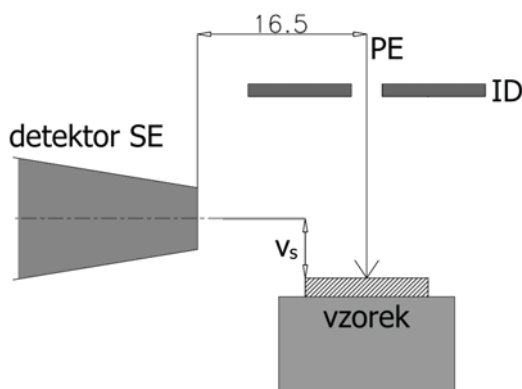
Tato část práce se zabývá simulací drah SE v nově navrženém experimentálním scintilačním detektoru, jehož konstrukční uspořádání a označení jednotlivých elektrod a clon jsou patrné z obr. 3.22. Pro simulaci byl použit program SIMION 8.0.3. Program dokáže graficky znázornit dráhy letu elektronů v elektrostatickém poli elektrodového systému detektoru, které lze také v tomto programu zobrazit. Nevýhodou programu je, že neumožňuje vzít v úvahu použití izolantů (dielektrik) s danou hodnotou permitivity v konstrukci detektoru, což může do jisté míry ovlivnit výsledky simulací.

Hlavní parametry, které ovlivňují detekci SE v experimentálním scintilačním detektoru:

- poloha vzorku vůči detektoru
- průměr otvoru ve clonce
- poloha a tvar elektrod
- vzdálenost scintilátoru od clony
- přikládání napětí na jednotlivé elektrody

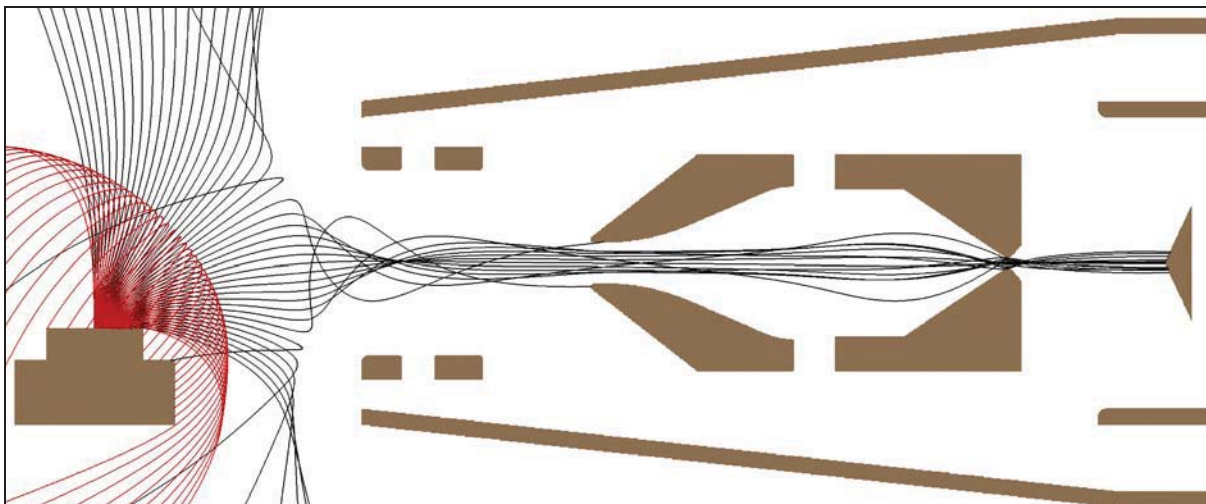
Pomocí tohoto programu byly navrženy nové verze detektoru, především tvar a geometrické rozměry elektrod a clon. Dále byl zkoumán vliv hodnot potenciálů, přikládání na jednotlivé elektrody systému detektoru, na rozložení elektrostatického pole a účinnost detekce SE. Účinnost detekce (S_{ESE}) byla hodnocena jako poměr SE s danou energií, které dopadnou na scintilátor k SE emitovanými ze vzorku v úhlu 90° od osy primárního svazku směrem k detektoru.

Na obr. 3.17 je znázorněna poloha detektoru a vzorku v EREM. Parametry, které byly použity pro simulaci drah SE – vzorek umístěn 4 mm pod osou detektoru (v_s) a vzdálenost detektoru od osy vzorku byla 16.5 mm.

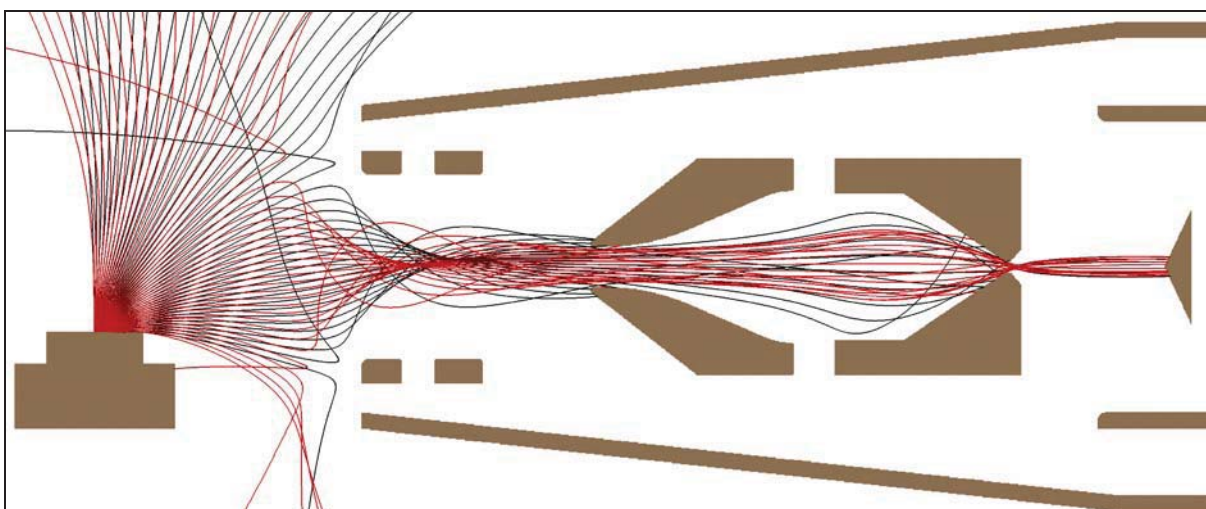


Obr. 3.17 Poloha detektoru SE a vzorku v komoře EREM.

Níže zobrazené výstupy ze simulací drah SE jsou uvedeny pouze pro finální konstrukci detektoru, protože ostatní verze nesplňují podmínku, týkající se maximální hodnoty tlaku v komoře scintilátoru (6 Pa).



Obr. 3.18 Dráhy SE pro finální konstrukci detektoru – $E_{SE} = 3$ eV (červená), $S_3 = 0$ %; $E_{SE} = 5$ eV (černá), $S_5 = 26$ %; (napětí na elektrodách, cloně a scintilátoru: $U_{E1} = -15$ V, $U_{E2} = -35$ V, $U_{E3} = 450$ V, $U_C = 20$ V, $U_S = 10$ kV).

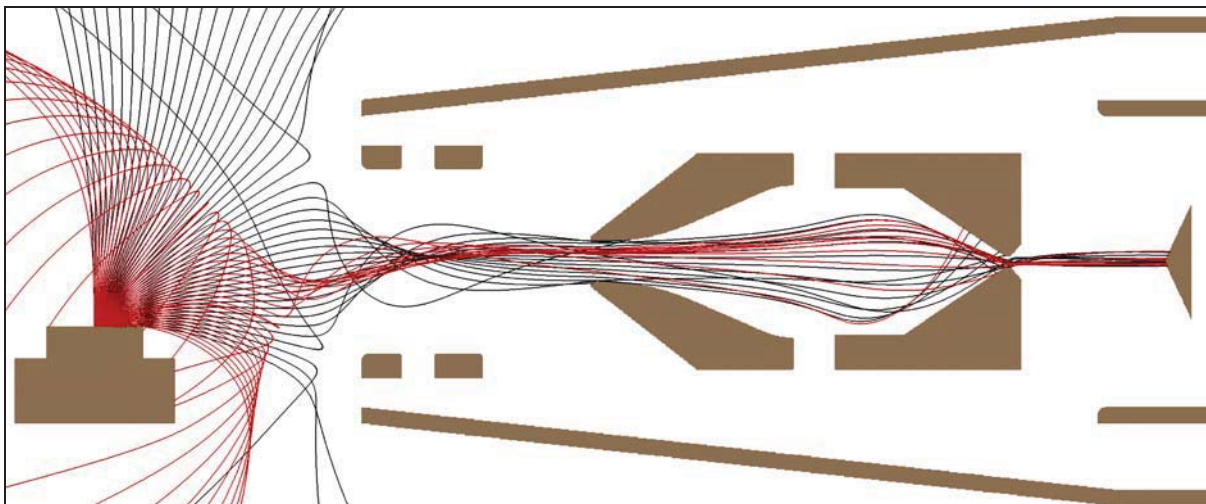


Obr. 3.19 Dráhy SE pro finální konstrukci detektoru – $E_{SE} = 3$ eV (červená), $S_3 = 26$ %; $E_{SE} = 5$ eV (černá), $S_5 = 8.7$ %; (napětí na elektrodách, cloně a scintilátoru: $U_{E1} = -10$ V, $U_{E2} = -30$ V, $U_{E3} = 450$ V, $U_C = 40$ V, $U_S = 10$ kV).

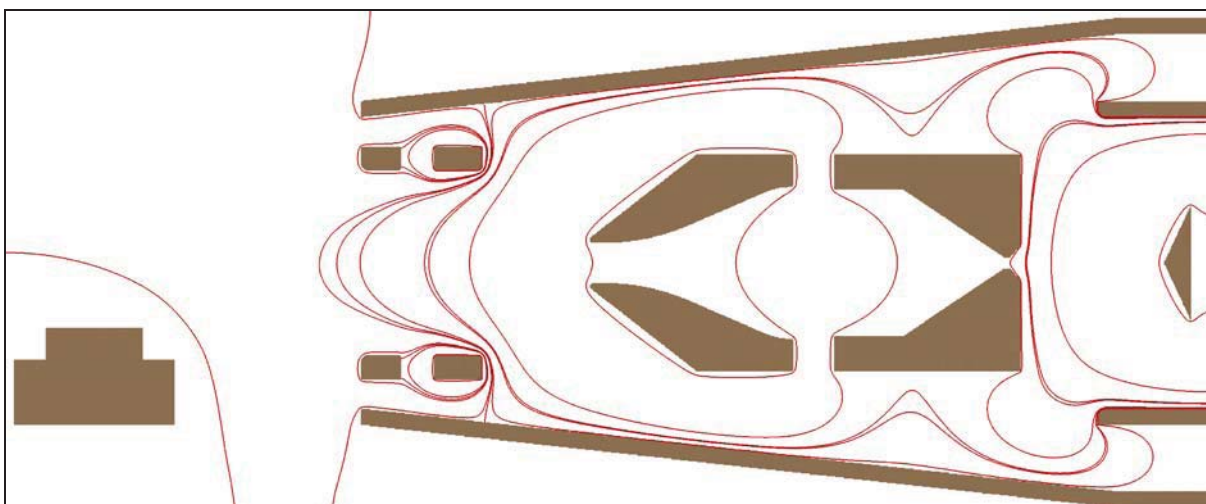
Elektrodový systém detektoru by měl být nastaven tak, aby bylo docíleno co největší účinnosti detekce pro SE s energií v rozmezí 3 eV až 5 eV, což je oblast nejpravděpodobnějších energií SE.

Na obr. 3.18 je znázorněna simulace, při které dochází zejména k detekci SE o energii 5 eV, SE s menší energií jsou odpuzeny záporným napětím na elektrodách E1, 2. Po zmenšení záporného napětí na zmíněných elektrodách, došlo k nárůstu účinnosti detekce SE s energií

3 eV, ale k poklesu účinnosti detekce SE s energií 5 eV (viz obr. 3.19). Tento fakt je také způsoben napětím na cloně, jehož vyšší hodnota (40 V) lépe zaostřuje SE s nižší energií do otvoru v cloně.



Obr. 3.20 Dráhy SE pro finální konstrukci detektoru – $E_{SE} = 3$ eV (červená), $S_3 = 15.2$ %; $E_{SE} = 5$ eV (černá), $S_5 = 17.4$ %; (napětí na elektrodách, cloně a scintilátoru: $U_{E1} = -13$ V, $U_{E2} = -30$ V, $U_{E3} = 450$ V, $U_C = 30$ V, $U_S = 10$ kV).



Obr. 3.21 Rozložení elektrostatického pole uvnitř detektoru pro finální konstrukci. (napětí na elektrodách, cloně a scintilátoru: $U_{E1} = -13$ V, $U_{E2} = -30$ V, $U_{E3} = 450$ V, $U_C = 30$ V, $U_S = 10$ kV).

Z provedených simulací je patrné, že elektrody E1 a E2 zaostřují svým záporným napětím SE do osy detektoru a elektroda E3 odsává SE ze vzorku, což je dáno tvarem elektrody a vyšším napětím do 500 V. Clona C díky nízkému přiloženému napětí zaostří SE do otvoru, odkud jsou elektrony přitaženy vysokým napětím na scintilátoru.

Elektrostatické pole detektoru je zobrazeno na obr. 3.21. Pole musí být uzpůsobeno tak, aby SE, snažící se pohybovat ve směru kolmém k ekvipotenciálám, byly co nejlépe zaostřeny především do otvoru v elektrodě E3 a cloně C.

Pokud chceme obdržet srovnatelnou účinnost detekce SE pro 3 eV a 5 eV (obr. 3.20), musí dojít k rovnováze v nastavení hodnot napětí na předních elektrodách a cloně tak, aby nedošlo k nežádoucímu odpuzování SE a zároveň k jejich přílišnému odklonu od osy detektoru.

Doporučená napětí na elektrodách a cloně detektoru, vyplývající ze simulací jsou:

$$U_{E1} = -13 \text{ V}$$

$$U_{E2} = -30 \text{ V}$$

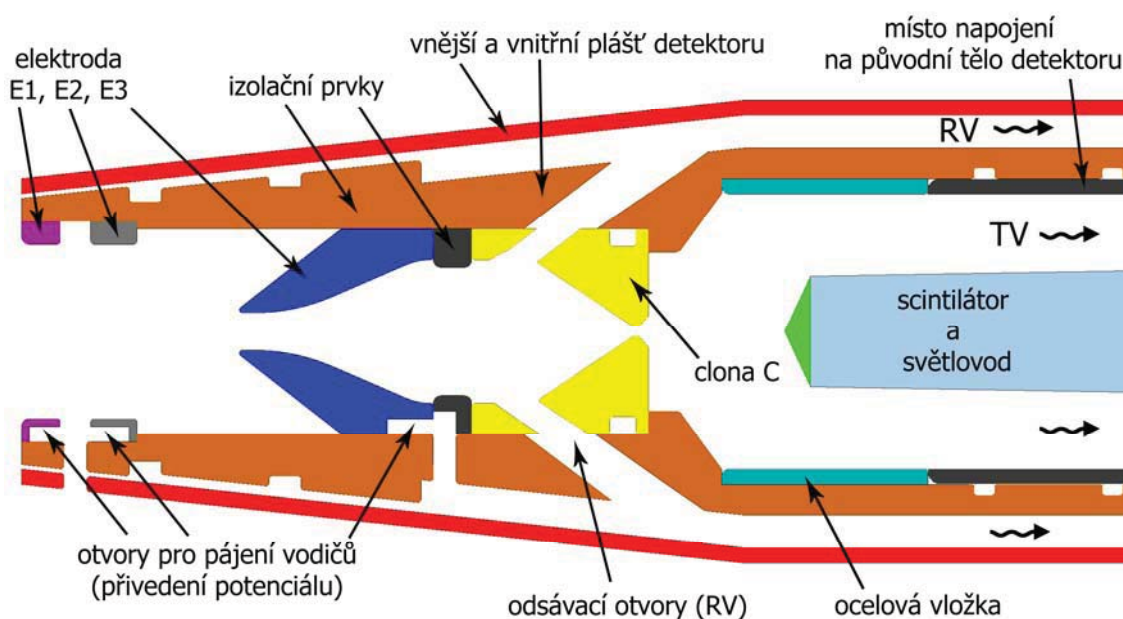
$$U_{E3} = 450 \text{ V}$$

$$U_C = 30 \text{ V}$$

$$U_S = 10 \text{ kV}$$

3.5 Popis finální konstrukce detektoru

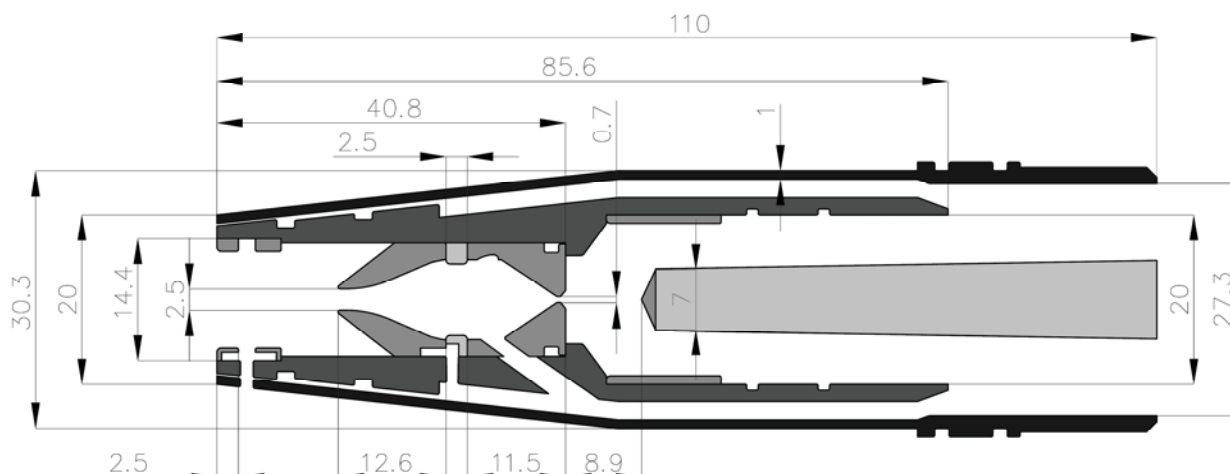
Finální konstrukce (viz obr. 3.22) vychází z verze SD-04. Narozdíl od této verze má zvětšený vnitřní detekční prostor a pouze jednu trojici odsávacích otvorů RV. Průměr vnějšího pláště se zvětšil z původních 28 mm na 30.3 mm, tato úprava zajistila zmiňované zvětšení vnitřního prostoru. Elektrody a clona jsou upevněny na vnitřním plášti detektoru, který je z izolantu.



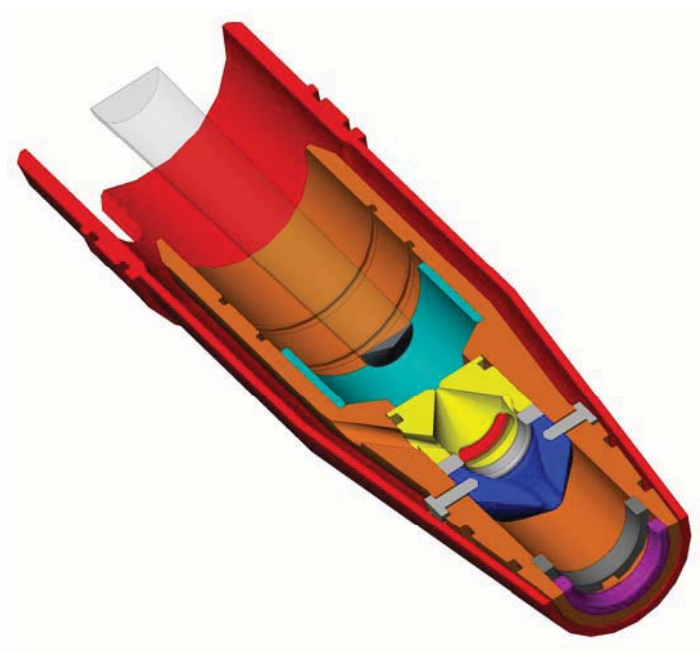
Obr. 3.22 Řez hlavní částí detektoru finální konstrukce – základní popis prvků.

Konstrukce byla navržena tak, aby se mohlo použít část těla původního detektoru (obr. 3.25). Vnitřní a vnější plášť nového detektoru se nasune do původního těla detektoru, při použití těsnících o-kroužků (tlakové oddělení).

V konstrukci bylo omezeno použití izolačních materiálů v oblasti možných drah SE pohybujících se směrem ke scintilátoru. Tímto opatřením se minimalizuje možné nabíjení povrchu izolantu po dopadu urychlených SE a předchází se problémům, plynoucím z tohoto nežádoucího jevu.

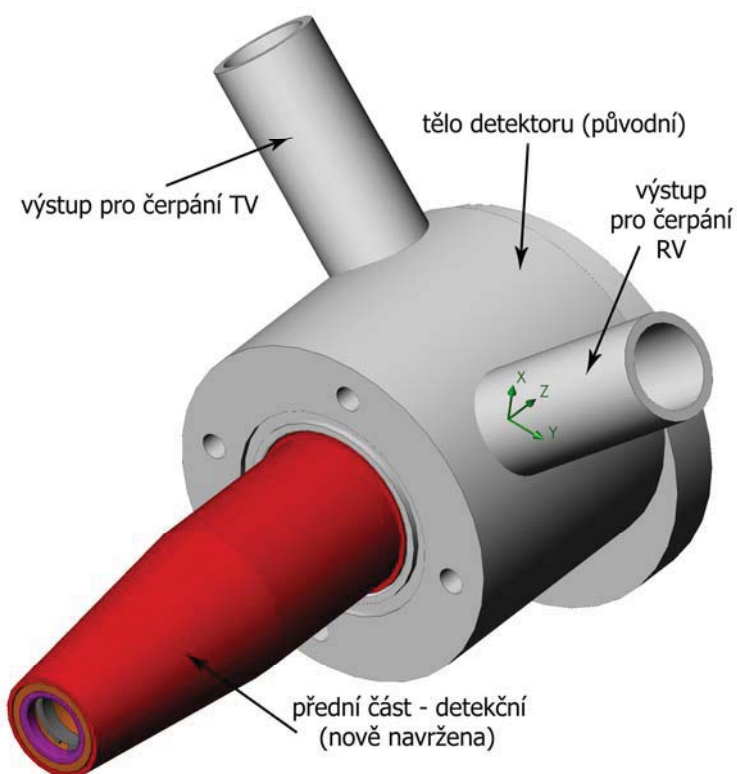


Obr. 3.23 Řez hlavní částí detektoru finální konstrukce – základní rozměry.



Obr. 3.24 Řez (3D) hlavní částí detektoru finální konstrukce, uchycení elektrody E3.

Materiály pro výrobu finální konstrukce jsou následující: nerezová ocel – vnější plášť, vložka komory scintilátoru; delrin – vnitřní plášť, čepy (uchycení elektrody E3); teflon – izolační prvek mezi elektrodou E3 a clonou C; mosaz – elektroda E1, 2, 3, clona.



Obr. 3.25 Experimentální scintilační detektor s nově navrženou detekční částí – 3D pohled.

4 Závěr

Práce se zabývá problematikou environmentální rastrovací elektronové mikroskopie (EREM), popisuje princip a možnosti detekce SE v EREM. Experimentální část práce popisuje experimentální scintilační detektoru SE a jeho nově navržené konstrukce pro EREM, které byly realizovány s využitím programů SolidWorks FloWorks (simulace proudění plynů) a SIMION (simulace drah SE). Ze souboru simulovaných verzí detektoru byla vybrána jedna konstrukce (finální), která splňuje stanovené podmínky a zdá se být pro detekci SE nejvhodnější.

Finální konstrukce scintilačního detektoru (dále konstrukce), je navržena pro původní tělo detektoru. Důvodem byl fakt, že pro účinnost detekce SE je důležitá zejména přední část - detekční, kterou se tato práce zabývá. Do konstrukčního řešení původního těla detektoru proto není nutné zasahovat. Mezi nejdůležitější prvky konstrukce patří elektroda E3 a clona. Tyto prvky umožňují dostatečně snížit tlak v komoře scintilátoru a současně zajistí detekci SE. U ostatních simulovaných konstrukcí byl problém s dosažením tlaku méně než 6 Pa v okolí scintilátoru.

Hodnota tlaku v komoře scintilátoru dosahuje u této konstrukce, při 600 Pa v komoře vzorku, 5.7 Pa pro vzduch a 4.6 Pa pro vodní páry. Tyto hodnoty tlaků, vycházející ze simulací, vyhovují podmínce zabránění výbojů v plynu, kdy je zapotřebí omezit tlak do 6 Pa v okolí scintilátoru. Pokud bychom chtěli dosáhnout v komoře scintilátoru ještě nižšího tlaku, řešením by bylo použití clony s menším otvorem, tzn. že místo průměru 0.7 mm, by se aplikovala clona s otvorem 0.6 mm. Lze předpokládat, že by se po této úpravě snížil tlak v komoře scintilátoru pod 3 Pa, což by umožnilo použití detektoru i při tlaku v komoře vzorku nad 600 Pa. Záporným jevem zůstává fakt, že by menší otvor v cloně zachytil větší množství urychlených SE a tím snížil celkovou účinnost detekce sekundárních elektronů.

Výsledky simulací drah SE v elektrostatickém poli detektoru ukazují, že nová konstrukce umožňuje detekci SE. Nastavení napětí na jednotlivých prvcích elektrodového systému detektoru bylo ovlivněno požadavkem na dosažení co největší účinnosti detekce současně pro SE s energií 3 eV a 5 eV, což jsou hodnoty nejpravděpodobnější energie SE. Pro následující nastavení se účinnost detekce pro obě energie pohybovala okolo 15%: $U_{E1} = -13 \text{ V}$, $U_{E2} = -30 \text{ V}$, $U_{E3} = 450 \text{ V}$, $U_C = 30 \text{ V}$, $U_S = 10 \text{ kV}$. U dalších provedených simulací docházelo k detekci výhradně SE s jednou z uvedených energií, která ale dosahovala účinnosti detekce až 26%.

Navržený detektor doporučuji k výrobě a jeho následnému experimentálnímu ověření v podmínkách EREM. Výhodou je, že k realizaci detektoru lze využít tělo stávajícího

detektoru, což sníží pracnost výroby detektoru a náklady na jeho realizaci. Při praktickém měření by mělo dojít k ověření funkčnosti detektoru a k porovnání experimentálních výsledků s provedenými simulacemi.

Pokud by pro již realizovanou konstrukci docházelo k výbojům v komoře scintilátoru, doporučil bych použít scintilátor nového typu, k jehož správné funkci postačuje nižší přikládané napětí na vodivý povrch scintilátoru (dle informace méně než 5 kV). Tím se zmenší pravděpodobnost vzniku elektrického výboje u scintilátoru.

5 Seznam použitých zdrojů

- [1] FRANK, L., KRÁL, J. *Metody analýzy povrchů*. Praha: Nakladatelství Akademie věd České republiky, 2002, Kapitola: AUTRATA, R., JIRÁK, J. *Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie*. s. 459 – 484. ISBN 80-200-0594-3.
- [2] HULÍNSKÝ, V., JUREK, K. *Zkoumání látek elektronovým paprskem*. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1982. 401 s.
- [3] FRANK, L., et al. *Speciální diagnostika*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2004. 79 s.
- [4] BOUŠEK, J. *Vakuová technika*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2005. 97 s. ISBN MEL 502.
- [5] NEBESÁŘOVÁ, J. *Elektronová mikroskopie*. [cit. 2006-03-05]. Dostupné z WWW: <http://www.paru.cas.cz/lem/book>
- [6] GROSZKOWSKI, J. *Technika vysokého vakua*. Praha: SNTL, 1981. 438 s.
- [7] PFEIFFER VACUUM. *OnlineCatalog*. Technická dokumentace turbomolekulárních a rotačních vývěv. [cit. 2009-05-11]. Dostupné z WWW: <http://onlinecatalog.pfeiffer-vacuum.net/en/41/pdfDownload.do>; <http://onlinecatalog.pfeiffer-vacuum.net/en/43/pdfDownload.do>
- [8] REIMER, L. *Scanning electron microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis (Second Edition)*. Berlin: Springer Verlag, 1998. 527 p. ISBN 3-540-63976-4.
- [9] MANURA, D. *Program Simon 8.0.3*. Idaho: Scientific Instrument Services, 2006.
- [10] *Program SolidWorks 2006 (2008) - COSMOSFloWorks 2006 (2008)*. Concord, Massachusetts: SolidWorks Corporation, 2005 (2007).

6 Seznam použitých zkratk a symbolů

AE	<i>Auger Electrons (Augerovy elektrony)</i>
BSE	<i>Back Scattered Electrons (zpětně odražené elektrony)</i>
C_x	<i>clona X</i>
DV	<i>difúzní vývěva</i>
E_x	<i>elektroda X</i>
EM	<i>Electron Microscope</i>
ESEM	<i>Environmental Scanning Electron Microscope</i>
EREM	<i>environmentální rastrovací elektronový mikroskop</i>
ID	<i>ionizační detektor</i>
JV	<i>jehlový ventil</i>
LV	<i>Low Vacuum (nízké vakuum)</i>
OD	<i>odsávací otvor</i>
PE	<i>Primary Electrons (primární elektrony)</i>
PMMA	<i>polymetylmetakrylát</i>
REM	<i>rastrovací elektronový mikroskop</i>
RTG záření	<i>rentgenové záření</i>
RV	<i>rotační vývěva</i>
SE	<i>Secondary Electrons (sekundární elektrony)</i>
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>
TEM	<i>Transmission Electron Microscope</i>
TV	<i>turbomolekulární vývěva</i>
VP	<i>Variable Pressure (proměnný tlak)</i>
YAG:Ce	<i>yttrito-hlinitý granát dotovaný cerem</i>

<i>d</i>	<i>délka dráhy, kterou elektron urazí v plynu</i>	[m]
<i>E_{PE}, E₀</i>	<i>energie primárních elektronů</i>	[eV]
<i>E_{SE}</i>	<i>energie sekundárních elektronů</i>	[eV]
<i>I₊</i>	<i>proud kladných nábojů (iontů)</i>	[A]
<i>I_{BSE}</i>	<i>proud zpětně odražených elektronů</i>	[A]

I_P, I_{PE}	<i>proud primárního svazku (elektronů)</i>	[A]
I_{SE}	<i>proud sekundárních elektronů</i>	[A]
k	<i>Boltzmannova konstanta</i>	[J.K ⁻¹]
K_n	<i>Knudsenovo číslo</i>	[-]
\bar{l}	<i>střední volná dráha molekuly</i>	[m]
m	<i>průměrný počet srážek na jeden elektron</i>	[-]
p	<i>tlak</i>	[Pa]
p_{ks}	<i>tlak v komoře scintilátoru detektoru</i>	[Pa]
p_{kv}	<i>tlak v komoře vzorku mikroskopu</i>	[Pa]
p_s	<i>statický tlak v detektoru</i>	[Pa]
q	<i>objemový proud plynu</i>	[Pa.l.s ⁻¹]
r	<i>laterální vzdálenost</i>	[m]
S_{ESE}	<i>účinnost detekce SE (uvolňujících se ze vzorku pod úhlem 0°- 90°) pro danou E_{SE}</i>	[%]
T	<i>absolutní teplota</i>	[K]
t	<i>čas</i>	[s]
U_C	<i>napětí na cloně detektoru</i>	[V]
U_{EX}	<i>napětí na elektrodě X detektoru</i>	[V]
U_S	<i>napětí na scintilátoru</i>	[V]
V	<i>objem</i>	[m ³]
v_s	<i>vzdálenost povrchu vzorku od osy detektoru SE v komoře vzorku EREM</i>	[m]
X	<i>charakteristický rozměr (vakuového) systému</i>	[m]
x	<i>vzdálenost od ústí detektoru po scintilátor</i>	[m]
Z_p	<i>odpor potrubí</i>	[s.l ⁻¹]
δ	<i>koeficient emise sekundárních elektronů</i>	[-]
ϕ	<i>úhel mezi dopadajícím svazkem PE a kolmicí k povrchu vzorku v místě dopadu</i>	[°]
η	<i>koeficient emise zpětně odražených elektronů</i>	[-]
σ_T	<i>celkový zachytý průřez plynu</i>	[m ²]

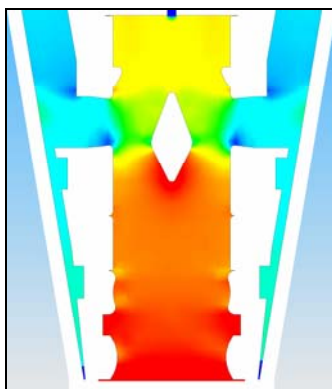
7 Seznam příloh

Příloha P1: Porovnání grafických výstupů simulací proudění plynů - rozložení tlaku uvnitř detektoru pro verzi SD-01.

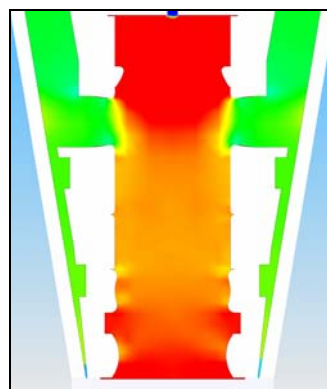
Příloha P2: Porovnání grafických výstupů simulací proudění plynů - rozložení tlaku uvnitř detektoru pro verzi SD-02.

Příloha P3: Porovnání grafických výstupů simulací proudění plynů - rozložení tlaku uvnitř detektoru pro verzi SD-03, 4, finální.

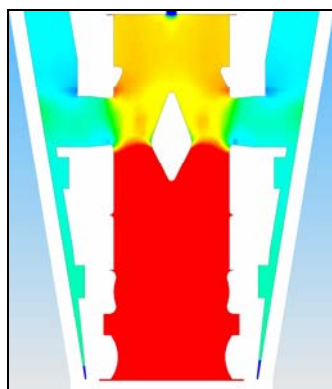
Příloha P1



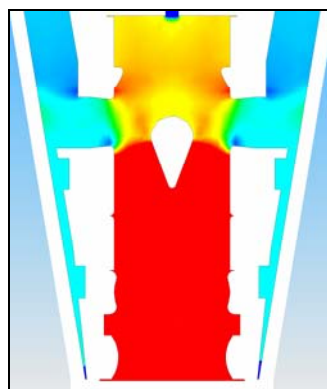
clona 0.6 mm, tělísko 01, TV 10 l/s



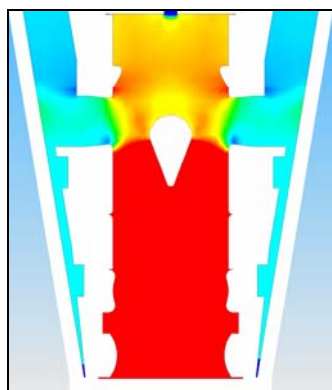
clona 0.7 mm, bez tělíska, TV 10 l/s



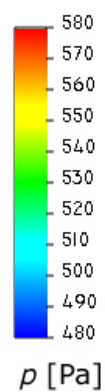
clona 0.7 mm, tělísko 01, TV 10 l/s



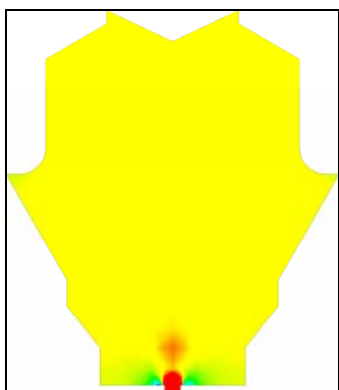
clona 0.9 mm, tělísko 02, TV 10 l/s,
bez izolace v okolí scintilátoru



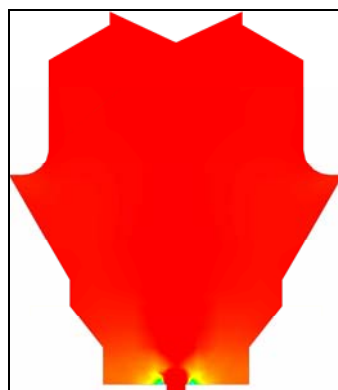
clona 0.9 mm, tělísko 02, TV 150 l/s,
bez izolace v okolí scintilátoru



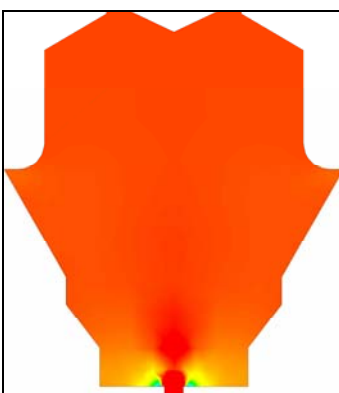
Obr. P1 - 1 Grafické znázornění rozložení tlaku v mezích <480, 580> Pa od ústí detektoru po clonu, verze SD-01.



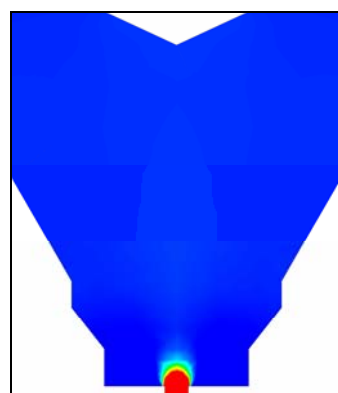
clona 0.6mm, tělísko 01, TV 10 l/s



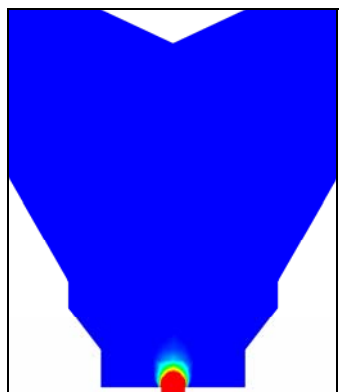
clona 0.7 mm, bez tělíska, TV 10 l/s



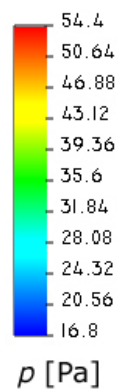
clona 0.7 mm, tělísko 01, TV 10 l/s



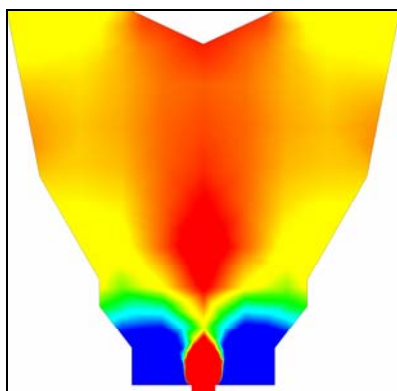
clona 0.9 mm, tělísko 02, TV 10 l/s,
bez izolace v okolí scintilátoru



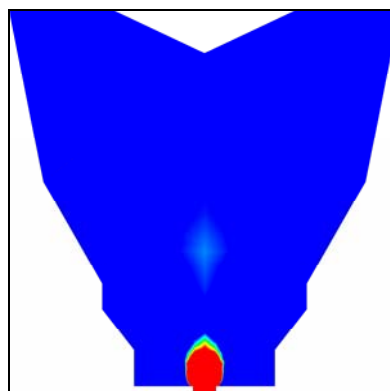
clona 0.9 mm, tělísko 02, TV 150 l/s,
bez izolace v okolí scintilátoru



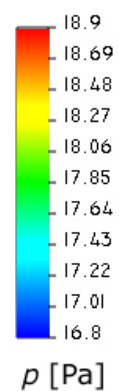
Obr. P1 - 2 Grafické znázornění rozložení tlaku v mezích <16.8, 54.4> Pa v komoře scintilátoru, verze SD-01.



clona 0.9 mm, tělísko 02, TV 10 l/s,
bez izolace v okolí scintilátoru

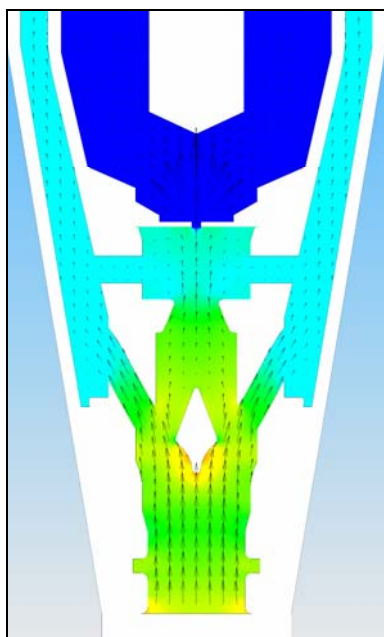


clona 0.9 mm, tělísko 02, TV 150 l/s,
bez izolace v okolí scintilátoru

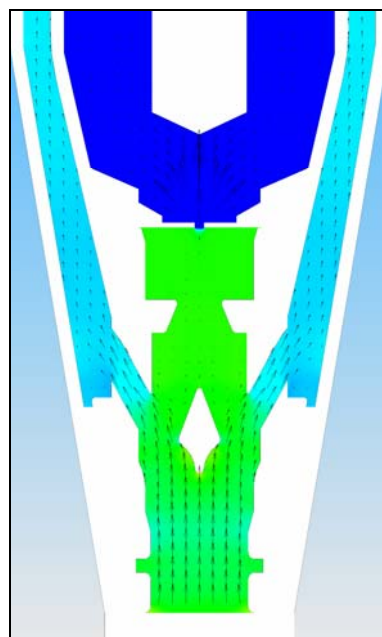


Obr. P1 - 3 Grafické znázornění rozložení tlaku v mezích <16.8, 18.9> Pa
v komoře scintilátoru, verze SD-01.

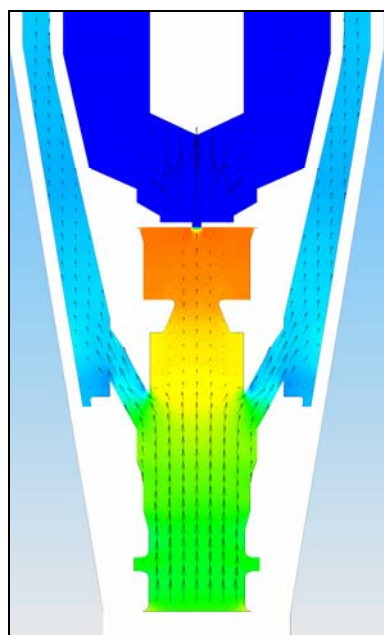
Příloha P2



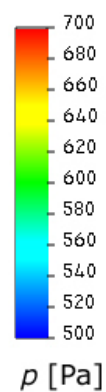
clona 0.7 mm, tělísko 04, TV 10 l/s, odsávání
z = 1.5 mm, sání RV před clonou



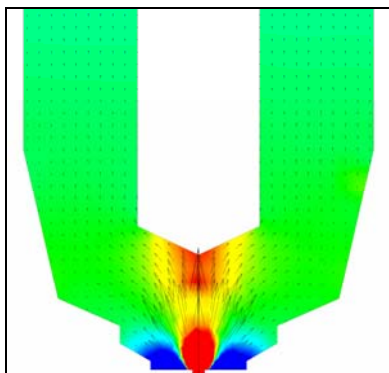
clona 0.7 mm, tělísko 04, TV 10 l/s, odsávání
z = 1 mm



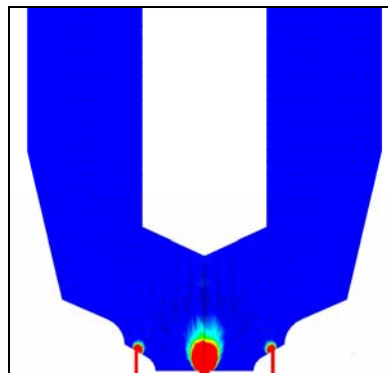
clona 0.7 mm, bez tělíska, TV 10 l/s, odsávání
z = 1 mm



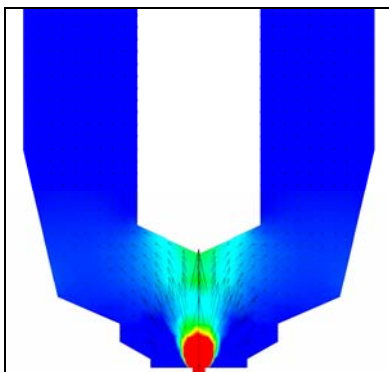
Obr. P2 - 1 Grafické znázornění rozložení tlaku v mezích <500, 700> Pa v přední části detektoru, vektory rychlosti <0, 600> m/s, verze SD-02.



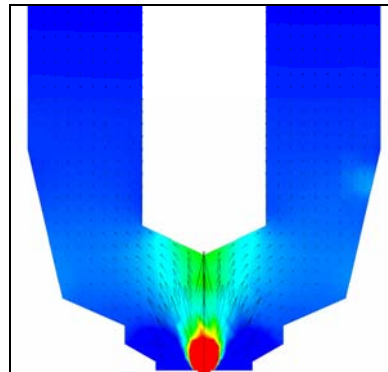
clona 0.7 mm, bez tělíska, TV 10 l/s, odsávání
z = 1 mm



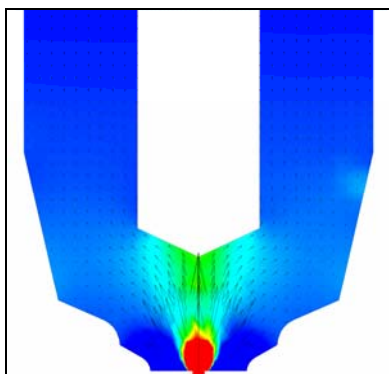
clona 1x0.575+4x0.2 mm, tělísko 04, TV 10 l/s,
odsávání z = 1.5 mm



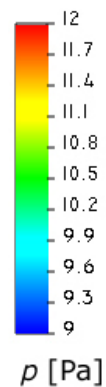
clona 0.7 mm, tělísko 04, TV 10 l/s, odsávání
z = 1.5 mm, sání RV před clonou



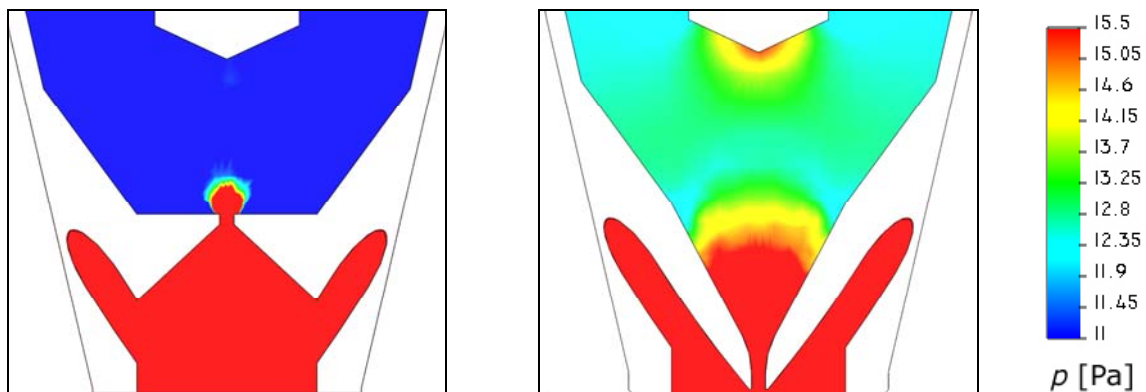
clona 0.7 mm, tělísko 04, TV 10 l/s, odsávání
z = 1 mm



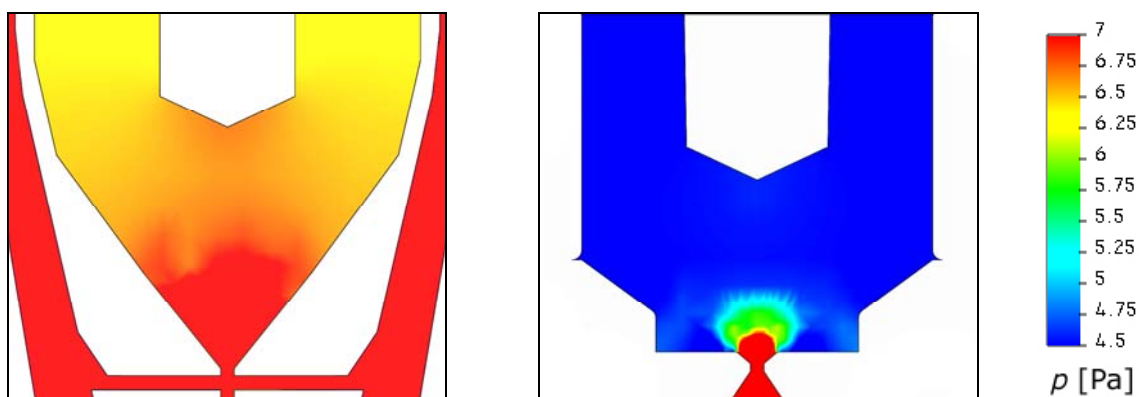
clona 0.7 mm, tělísko 04, TV 10 l/s, odsávání
z = 1.5 mm, sání RV před elektrodou E3



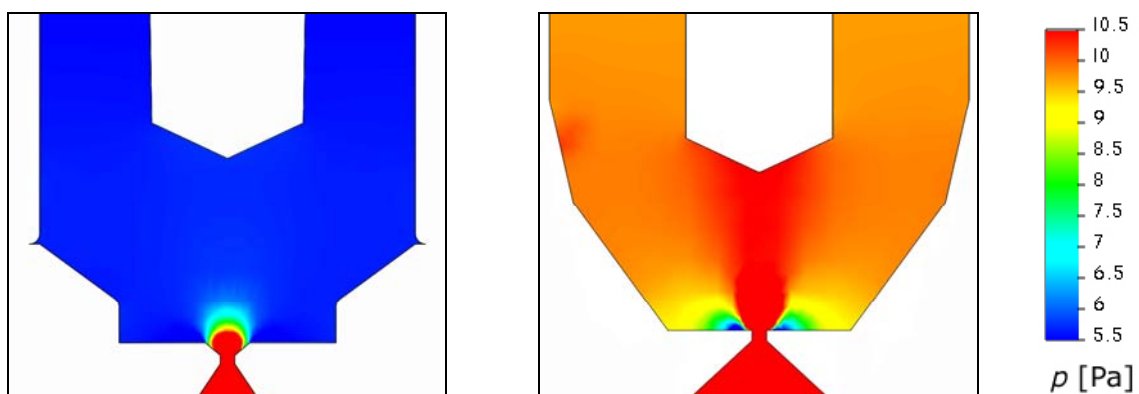
Obr. P2 - 2 Grafické znázornění rozložení tlaku v mezích <9, 12> Pa v komoře scintilátoru,
vektory rychlosti <0, 600> m/s, verze SD-02.



Obr. P3 - 1 Grafické znázornění rozložení tlaku v mezích <11, 15.5> Pa v komoře scintilátoru, verze SD-04.



Obr. P3 - 2 Grafické znázornění rozložení tlaku v mezích <4.5, 7> Pa v komoře scintilátoru.



Obr. P3 - 3 Grafické znázornění rozložení tlaku v mezích <5.5, 10.5> Pa v komoře scintilátoru.